

ADRIANO DA SILVA DUBIEL

**PROPRIEDADES MECÂNICAS DE JUNÇÕES
SUPERCONDUTORAS DE YBCO**

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Física do Setor de Ciências Exatas da Universidade Federal do Paraná, como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em Física.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Maurício Lepienski

Co-Orientador: Prof. Dr. Pedro Rodrigues Júnior

**Curitiba - PR
2005**

**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
SETOR DE CIÊNCIAS EXATAS
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA**

PARECER

Os abaixo-assinados, membros da banca examinadora de Defesa de Dissertação de Mestrado do estudante **Adriano da Silva Dubiel** são de parecer favorável e consideram aprovada a redação final da Defesa de Dissertação cujo título é **Propriedades Mecânicas de Junções Supercondutores de YBCO**.

Curitiba, 24 de fevereiro de 2005.

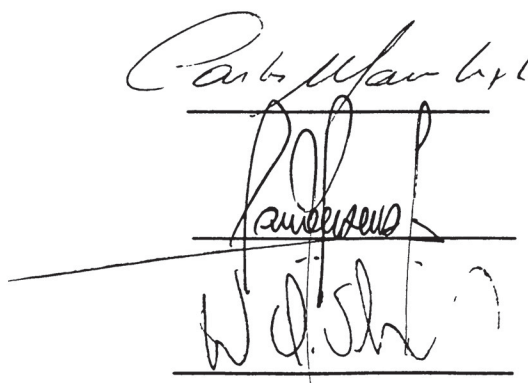
Banca Examinadora

Prof. Carlos M. Lepienski
(Orientador/Presidente) (UFPR)

Prof. Paulo Pureur Neto
(UFRGS)

Prof. Wido H. Schreiner
(UFPR)

Assinatura



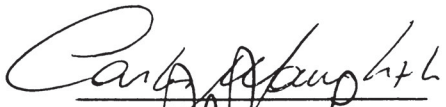

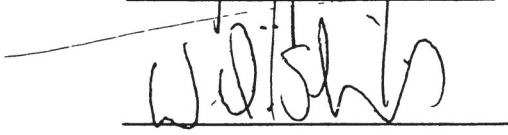
The image shows three handwritten signatures, each written on a horizontal line. The first signature is 'Carlos M. Lepienski', the second is 'Paulo Pureur Neto', and the third is 'Wido H. Schreiner'. The signatures are written in black ink.

DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

ADRIANO DA SILVA DUBIEL

TÍTULO: “ PROPRIEDADES MECÂNICAS DE JUNÇÕES SUPERCONDUTORES DE YBCO ”.

Em sessão pública iniciada às quatoze horas, nesta data, após um Seminário sob o título acima, e posterior arguição esta banca examinadora, esta decidiu atribuir ao candidato o conceito global A

Banca Examinadora	Assinatura	Conceito
Prof. CARLOS MAURÍCIO LEPIENSKI (Orientador/Presidente) (UFPR)		<u>A</u>
Prof. PAULO PUREUR NETO (UFRGS)		<u>A</u>
Prof. WIDO H. SCHREINER (UFPR)		<u>A</u>

Curitiba, 24 fevereiro e 2005

*Este trabalho eu dedico a meus pais,
José Edgard e Sebastiana pelo apoio de sempre.*

AGRADECIMENTOS

Expresso meus sinceros agradecimentos a todos os colaboradores e amigos, em especial:

- Prof. Dr. Carlos Maurício Lepienski e Prof. Dr. Pedro Rodrigues Júnior pela orientação e amizade;
- Prof. Dr. Irineu Mazaro e Prof. Dr. Kleber Daum Machado;
- Ao Centro de Microscopia Eletrônica da UFPR e ao Prof. Dr. Ney Mattoso e ao Dr. Paulo César Soares;
- Aos colegas de pós-graduação, em especial, Marcos Navarro, José C. A. de Pontes e Sandro Ely de Souza Pinto;
- Aos colegas do Grupo de Propriedades Nanomecânicas: Andréia Tavares, Adriane Schelin, Alexandre Mikowski, Ricardo Meucci, Juliana Souza e Milton Michel;
- A Cise, Ari, Gelson e Sandra de Souza pela hospedagem na cidade de Ponta Grossa;
- A Isabel Carina Valezin. Caca, obrigado pela força, carinho e amor;
- A meus pais, os maiores incentivadores;
- A CAPES pelo financiamento deste trabalho.

RESUMO

Neste trabalho foram estudadas as propriedades mecânicas de junções supercondutoras de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (YBCO). As junções foram produzidas usando um fino pedaço de YBCO com 15% de prata na sua estrutura (YBCO/Ag) entre duas peças de YBCO texturizado, composto de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (Y123) e partículas da fase $\text{Y}_2\text{Ba}_1\text{Cu}_1\text{O}_{5-x}$ (Y211). O YBCO/Ag tem seu ponto de fusão reduzido em cerca de 40°C em relação ao YBCO. O conjunto, no qual o agente soldante (YBCO/Ag) está disposto entre as peças de YBCO a serem soldadas, é aquecido até uma temperatura pouco maior que a de fusão do agente soldante e então é lentamente resfriado quando então ocorre o processo de fusão das peças.

As propriedades mecânicas foram estudadas por nanoindentação com penetradores Berkovich e canto de cubo, este último utilizado para gerar as trincas na superfície do material. Os valores das propriedades mecânicas são similares ao longo das regiões da amostra e não sofrem uma alteração significativa em relação aos valores obtidos antes de sofrerem o processo de soldagem. O valor médio do módulo de elasticidade da junção é 210 ± 13 GPa. A dureza da junção, medida na carga de 400 mN, possui valor de 10 ± 1 GPa. Na região da borda na peça soldado foi observada uma concentração maior do Y211, na qual os valores das propriedades mecânicas são menores que do Y123. O módulo de elasticidade e a dureza de uma região com maior concentração de Y211 são 150 ± 9 e $5,5 \pm 1$ GPa respectivamente.

A análise fractográfica das penetrações geradas por nanoindentação utilizando um penetrador canto de cubo foi realizada pelas imagens obtidas pela técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV). A análise fractográfica mostrou comportamento similar em todas as amostras, sendo visível a presença de trincas laterais e radiais ao redor da impressão residual deixada pelo penetrador. A tenacidade à fratura foi determinada a partir do comprimento das trincas radiais, sendo que o valor médio obtido ao longo da amostra é $1,2 \pm 0,2 \text{ MPa}m^{1/2}$.

ABSTRACT

The mechanical behavior of YBCO junction was studied in the present dissertation. The welded sample was processed using YBCO with 15 wt% Ag (YBCO/AG) a welding agent. YBCO/Ag has a melting point approximately 40°C lower than YBCO. A small piece of textured YBCO/Ag was sandwiched between two pieces of textured YBCO. In the sequence the system was heated above melting point of the welding agent. The sample was cooled slowly to produce the joint. The mechanical properties were measured by the nanoindentation technique using Berkovich and cube-corner tips. The cube-corner tip was used to nucleate radial cracks since the threshold load is lower than of a Berkovich tip. The mechanical properties values determined in YBCO junctions are similar along the sample. Lower values were measured in regions where particles of the Y211 phase were present. The elastic modulus and hardness values of the Y123 are 210 ± 10 GPa and 10 ± 1 GPa respectively. The elastic modulus and the hardness values of the Y211 regions are 150 ± 9 GPa and $5,5 \pm 1$ GPa, respectively. Fractograph analysis showed radial and lateral cracks around the tip residual impression. Fracture toughness of the Y123 phase value on the welded sample measured from radial cracks is $1,2 \pm 0,2 \text{ MPa}m^{1/2}$.

Sumário

Resumo	iv
Abstract	v
Sumário.....	vi
1 Introdução	2
2 Revisão da Literatura	4
2.1 Supercondutividade	4
2.1.1 Propriedades Gerais do Estado Supercondutor	6
2.1.2 O Sistema $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$	10
2.1.3 YBCO Texturizado	10
2.1.4 Junções Supercondutoras de YBCO	12
2.2 Propriedades Mecânicas	14
2.2.1 Módulo de Elasticidade	14

2.2.2	Dureza	15
2.2.3	Ensaio para obtenção dos valores da dureza	16
2.2.4	Nanoindentação	18
2.2.5	O Nanoindentador	18
2.2.6	O Método Oliver-Pharr	19
2.3	Fratura	23
2.3.1	Modelo de Griffith	23
2.3.2	Fator Concentrador de Tensão	24
2.3.3	Campos de Tensão na Ponta da Trinca	26
2.4	Tenacidade à Fratura	27
2.4.1	Ensaio de Tenacidade à Fratura	27
2.5	Propriedades Mecânicas do YBCO	31
2.5.1	Módulo de Elasticidade e Dureza do YBCO	31
2.5.2	Tenacidade à Fratura do YBCO	35
3	Procedimento Experimental	37
3.1	Processamento da Junção	37
3.1.1	Medidas das Propriedades Mecânicas	40
4	Resultados e Discussão	43

4.1	Caracterização da Junção	43
4.2	Propriedades Mecânicas	46
4.2.1	Módulo de Elasticidade e Dureza do YBCO e YBCO/Ag antes da soldagem	49
4.2.2	Módulo de Elasticidade e Dureza da fase 211 do YBCO	52
4.2.3	Módulo de Elasticidade e Dureza da Amostra Soldada	54
4.2.4	Análise Fractográfica de Fratura Induzida por Penetração com Ponta Canto de Cubo	58
4.2.5	Tenacidade à Fratura	70
5	Conclusões	76
	Referências Bibliográficas	79

1

Introdução

Desde a descoberta dos supercondutores de altas temperaturas críticas em especial os do sistema $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (YBCO), consideráveis esforços vêm sendo feitos para o desenvolvimento de novas técnicas de processamento deste material. O desenvolvimento de uma técnica industrial é ainda um grande desafio para os que pesquisam o processamento do YBCO. As potencialidades de aplicações desse material são imensas, porém elas requerem que o supercondutor de YBCO seja resistente mecanicamente e capaz de transportar altas densidades de corrente. A grande dificuldade da história do YBCO é a impossibilidade de produzir fios ou fitas devido a fragilidade comum nas cerâmicas, criando um grande obstáculo para a maioria das implementações práticas. Isto faz com que os estudos das propriedades mecânicas deste tipo de material sejam muito importantes.

Com o propósito de obter peças supercondutoras de diferentes formas e tamanhos, Pedro Rodrigues e colaboradores em 2000[1], desenvolveram uma técnica de soldagem de peças de YBCO texturizado. Eles utilizaram YBCO contendo Ag na sua estrutura para soldar duas peças de YBCO puro. O YBCO com prata foi utilizado por possuir um ponto de fusão menor que o YBCO puro. Segundo os autores o ponto de fusão do YBCO puro é de aproximadamente 1010°C enquanto do YBCO contendo prata é de aproximadamente 970°C [1]. O comportamento das propriedades da junção supercondutoras obtida por eles se mostrou muito bom, sendo que o valor da temperatura crítica de transição do estado normal para o supercondutor é de 91 K. Os autores também verificaram o transporte altas densidades de correntes através da junção. Apesar das propriedades supercondutoras terem sido amplamente analisadas por Pedro Rodrigues

e colaboradores, não havia sido estudado até o momento qual seria o comportamento mecânico dessas juntas soldadas. É de interesse estudar as propriedades mecânicas destas junções, devido as suas possíveis aplicações práticas, como por exemplo a utilização delas como rotores de motores supercondutores, limitadores de correntes, dentre outras[1].

Os objetivos principais neste estudo foram o processamento de junções de YBCO utilizando como agente soldante o YBCO contendo na sua estrutura 15% de prata e a determinação das suas propriedades mecânicas.

Este trabalho foi realizado em cooperação com o Laboratório de Materiais do Departamento de Física da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG), onde foi realizado o processamento das amostras. O estudo das propriedades mecânicas foi feito no Laboratório de Propriedades Nanomecânicas do Departamento de Física da Universidade Federal do Paraná (UFPR).

A estrutura deste trabalho está dividida em cinco capítulos:

- O primeiro capítulo refere-se a esta breve introdução deste trabalho;
- O segundo capítulo está organizado em duas seções principais. A primeira seção apresenta uma revisão bibliográfica da literatura sobre os temas básicos relacionados a supercondutividade. Na segunda seção, o tema refere-se as propriedades mecânicas, onde são discutidos a dureza, o módulo de elasticidade, a tenacidade à fratura e a forma de medida via nanoindentação. Os valores encontrados na literatura para as propriedades mecânicas de supercondutores do sistema YBCO são apresentados no último item dessa segunda parte do capítulo;
- No terceiro capítulo, as técnicas experimentais utilizadas para o processamento da junção e para as medidas das propriedades mecânicas são relatadas;
- No quarto capítulo são apresentados os resultados e discutidas a caracterização das amostras utilizando técnicas de microscopia, os valores do módulo de elasticidade, dureza e tenacidade à fratura. Uma análise fractográfica de fraturas geradas com penetrador canto de cubo de imagens obtidas pela técnica de microscopia eletrônica de varredura também é feita.0 no quarto capítulo;
- No quinto e último capítulo são apresentadas as conclusões obtidas do estudo das propriedades mecânicas das junções de YBCO.

2

Revisão da Literatura

Este capítulo contém cinco seções. A primeira seção descreve conceitos básicos sobre a supercondutividade e a partir da segunda seção os temas se referem às propriedades mecânicas dos materiais e do YBCO.

2.1 Supercondutividade

A supercondutividade é uma propriedade da matéria que consiste na perda total de sua resistência elétrica ao mesmo tempo em que expulsa o campo magnético do seu interior. A supercondutividade foi descoberta por Heike Karmelinh Onnes, que em 1911 observou que a resistência do Hg desaparece na temperatura de 4,2 K[2]. Essa temperatura caracteriza a passagem do material do estado normal para o estado supercondutor, a qual ele chamou de temperatura crítica (T_c). Onnes conseguiu esse feito trabalhando em seu laboratório em Leiden na Holanda, onde um ano antes havia conseguido, pela primeira vez liquefazer o hélio. Ao receber o prêmio Nobel em 1913, Onnes observou em seu discurso que a supercondutividade pode ser destruída se aplicado um campo magnético externo suficientemente grande no material. A figura 2.1 representa a medida de resistividade realizada por Onnes.

Após sua descoberta, a supercondutividade foi investigada nos mais diversos materiais. Até 1986 o T_c recorde era da liga nióbio-germânio com 23.2 K[3]. Em 1986, Alex Müller e

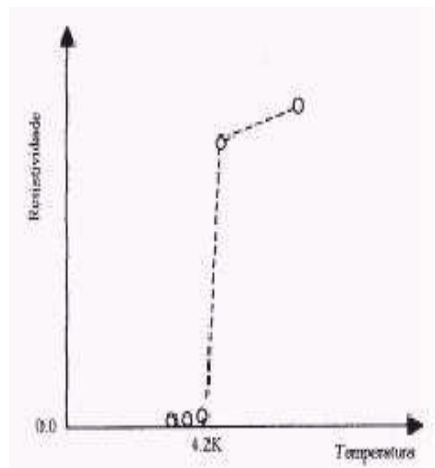


Figura 2.1: Resistividade da Hg em função da temperatura, onde $T_c=4.2K$. Gráfico obtido por Onnes. (Figura adaptada, da página superconductors.org)[6].

George Bednorz anunciaram que o composto cerâmico $La_{2-x}Ba_xCuO_4$ apresentava um T_c de 38 K. Esta descoberta foi surpreendente, pois as cerâmicas são maus condutores de eletricidade. Esse fato despertou grande interesse dos pesquisadores em estudar novos materiais cerâmicos e em 1987 os físicos americanos M. K. Wu et al. [4] descobriram o sistema composto por Y-Ba-Cu-O (YBCO) com uma T_c de 93 K. O valor recorde de 138 K para a temperatura crítica, foi registrado para o composto $Hg_{0.8}Tl_{0.2}Ba_2Ca_2Cu_3O_{8.33}$ [5]. Esses materiais foram classificados como sendo supercondutores de alta temperatura crítica (HTCS). Durante muito tempo a procura da supercondutividade em compostos metálicos foi deixada de lado, sendo que em 2001 a comunidade científica foi novamente surpreendida com a descoberta da supercondutividade no composto MgB_2 a 39 K, sendo 16 K maior que qualquer supercondutor de baixas temperaturas conhecido até então.

2.1.1 Propriedades Gerais do Estado Supercondutor

A propriedade mais conhecida de um material supercondutor é o desaparecimento total de sua resistência elétrica abaixo de uma temperatura crítica, T_c , bem definida. O fenômeno sugere a ocorrência de uma transição de fase na qual o sistema evolui de um comportamento eletrônico normal para um estado supercondutor.

A aplicação de um campo magnético externo ao material provoca uma redução da temperatura na qual a resistência se anula. Se o campo for suficientemente alto ocorrerá a supressão total do estado supercondutor. Esta experiência mostra a existência de um campo magnético crítico em função da temperatura acima do qual o estado supercondutor é desestabilizado. Observa-se também que a supercondutividade é destruída se a corrente elétrica que nele flui exceder um certo valor crítico. Nos supercondutores este valor máximo de corrente está relacionado ao campo magnético por ela mesmo induzido.

Estas observações sugerem que o magnetismo e a supercondutividade são efeitos excludentes. Não se observa a supercondutividade nos sistemas ferromagnéticos e na maioria dos casos, a diluição de impurezas magnéticas no sistema supercondutor provoca a diminuição da temperatura crítica[2, 6].

Efeito Meissner e Classificação dos Supercondutores

Aplicando um campo magnético fraco, em um supercondutor no seu estado normal ($T > T_c$) e resfriando o sistema sob um campo magnético aplicado, observa-se a expulsão abrupta do fluxo magnético do interior do material quando este transita do estado normal para o supercondutor em $T = T_c$. Este fenômeno foi denominado de efeito Meissner. Assim, quando a transição ocorre com um campo magnético presente, ela é acompanhada pelo aparecimento de correntes elétricas superficiais no material que cancelam exatamente a indução magnética no seu interior. Neste sentido dizemos que um supercondutor comporta-se como um sistema perfeitamente diamagnético no seu interior, do qual:

$$\vec{B} = 0 \quad (2.1)$$

e

$$\vec{M} = \frac{-1}{4\pi} \vec{H} \quad (2.2)$$

O efeito Meissner é observado em todos os supercondutores se o campo aplicado for suficientemente fraco. No entanto, se olharmos a resposta do material supercondutor face à aplicação de campos magnéticos quaisquer, observamos dois tipos de comportamentos que levam a classificação de dois tipos de supercondutores[6];

- Supercondutores do Tipo I: apresentam somente os estados Meissner e normal. Abaixo de T_c , se o campo magnético for inferior ao campo crítico, H_c , não ocorre nenhuma penetração de fluxo magnético no seu interior. Os campos críticos nos supercondutores do tipo I são geralmente muito fracos. A tabela 2.1 apresenta alguns materiais supercondutores do tipo I e suas respectivas temperaturas críticas. A figura 2.2 mostra o comportamento esquemático de H_c em função da temperatura para um supercondutor do tipo I.

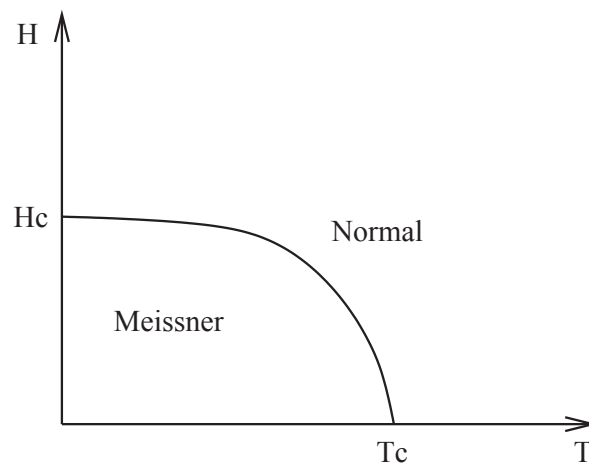


Figura 2.2: Comportamento típico de H_c em função da temperatura para os supercondutores do tipo I[6].

Material	T _c (K)
Pb	7,2
Hg	4,15
Al	1,175
Ti	0,4
U	0,2
W	0,0154
Rh	0,000325

Tabela 2.1: Alguns compostos supercondutores do tipo I e suas respectivas temperaturas críticas, T_c[6].

- Supercondutores do Tipo II: estes supercondutores exibem dois campos críticos. O estado Meissner com exclusão total do fluxo magnético ocorre até um campo magnético crítico H_{c1} . Acima deste valor o fluxo começa a penetrar no material embora a supercondutividade continue persistindo até um campo crítico H_{c2} , que pode ser muito maior que H_{c1} . Quando o valor do campo magnético for superior a H_{c2} , a supercondutividade desaparece do material. A tabela 2.2 apresenta alguns materiais supercondutores do tipo II e suas respectivas temperaturas e a figura 2.3 mostra a dependência de H_{c1} e H_{c2} em função da temperatura.

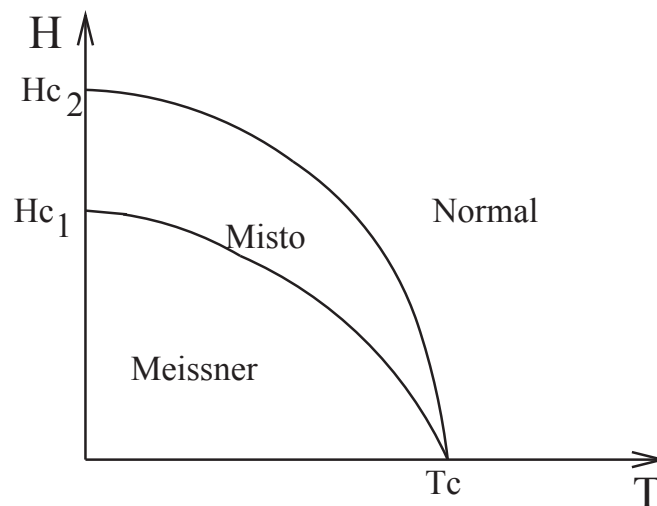


Figura 2.3: Comportamento típico de H_c em função da temperatura para os supercondutores do tipo II[6].

Material	T _c (K)
Hg _{0.8} Tl _{0.2} Ba ₂ Ca ₂ Cu ₃ O _{8.33}	138
Bi ₂ Sr ₂ Ca ₂ CuO ₁₀	115
Ca _{1-x} Sr _x CuO ₂	110
TmBa ₂ Cu ₃ O ₇	91
YBa ₂ Cu ₃ O _{7-x}	93
CsC ₆₀	40
MgB ₂	39,2
La _{1.85} Ba _{0.15} CuO ₄	35
Nb ₃ Ge	23,2
Nb	9,25
Tc	7,8
V	5,4

Tabela 2.2: Alguns compostos supercondutores do tipo II e suas respectivas temperaturas críticas, T_c[6].

Comprimento de Coerência e Comprimento de Penetração

Comprimento de coerência (ξ) e comprimento de penetração (λ) são dois parâmetros importantes na caracterização de um supercondutor. O comprimento de penetração informa o quanto o campo magnético externo pode penetrar no interior de um volume supercondutor e o comprimento de coerência está associado com as variações espaciais do parâmetro de ordem do estado supercondutor.

Supercondutores do tipo I apresentam pequeno comprimento de penetração e grande comprimento de coerência enquanto que supercondutores do tipo II apresentam grandes comprimentos de penetração e pequenos comprimentos de coerência.

2.1.2 O Sistema $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

O sistema $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (Y123) foi descoberto por M. K Wu et al. em 1987 [4] e desde então é o material supercondutor mais estudado por cientistas ao redor do mundo. As vantagens do YBCO são muitas, comparadas com outros supercondutores cerâmicos:

- 1) Não possui elementos tóxicos e nem compostos voláteis;
- 2) É fácil de ser processado como policristal;
- 3) É menos anisotrópico que os outros materiais supercondutores;

A temperatura crítica do YBCO é aproximadamente 91 K [4]. A densidade de corrente crítica (J_c) para o sistema YBCO é $J_c \simeq 10^3 \text{ A/cm}^2$ em materiais texturizados e $J_c \simeq 500 \text{ A/cm}^2$ para os policristais convencionais [7]. A estrutura cristalina do YBCO é do tipo perovskita (ACuO_3) onde A é uma terra-rara ou alcalina-terrosa. O termo 7-x da fórmula química implica em uma certa deficiência de oxigênio. Se $x \simeq 0$ a fase será de estrutura ortorrômbica, entretanto no caso de $x \simeq 0,5$ o material terá uma estrutura tetragonal. Somente a fase ortorrômbica é supercondutora, sendo estável somente abaixo de 700°C . A figura 2.4 mostra a estrutura de uma célula unitária YBCO de estrutura ortorrômbica, onde as dimensões dos parâmetros de rede são $a=3,89 \text{ \AA}$, $b=3,89 \text{ \AA}$ e $c= 11,65 \text{ \AA}$.

2.1.3 YBCO Texturizado

O YBCO pode ser produzido de diferentes formas, resultando em amostras monocristalinas e policristalinas. Amostras monocristalinas são formadas por um arranjo periódico da estrutura cristalina do YBCO, não sendo possível obtê-los em grandes dimensões, tornando o monocristal inviável para aplicações tecnológicas. Amostras policristalinas podem ser produzidas através de diversas técnicas resultando em policristalinas convencionais e texturizadas. As amostras convencionais são de fácil processamento, podendo ser produzidas com diferentes tamanhos e formas. As densidades de corrente críticas das amostras policristalinas preparadas por processos convencionais são geralmente baixas e o desempenho destes materiais na presença de campos magnéticos elevados é insatisfatório tornando-os pouco atrativos para aplicações práticas [8]. Dentre os principais fatores que contribuem para os baixos valores de densidade de corrente crítica observados em amostras policristalinas convencionais, estão as ligações fracas

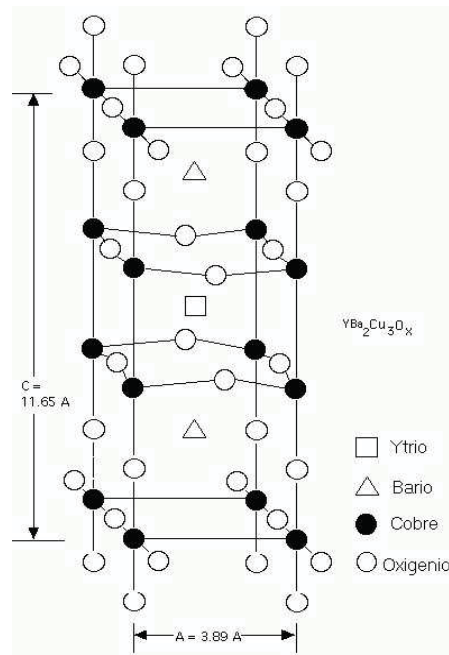


Figura 2.4: Estrutura cristalina do Y123[6].

nos contornos de grãos, aprisionamento insuficiente de linhas do fluxo magnético, porosidade, microtrincas e precipitação de fases espúrias[8, 9, 10].

Por outro lado, os compostos de Y123 preparados com técnicas que produzem amostras texturizadas apresentam valores elevados de densidade de corrente crítica mesmo na presença de intensos campos magnéticos[9]. Estas amostras são potencialmente interessantes para aplicações, como a produção de elementos de motores elétricos, limitadores de corrente, levitadores magnéticos dentre outras. O processo de texturização produz um crescimento dos cristais na orientação paralela aos planos atômicos Cu-O₂ (plano ab), formando longas placas alinhadas paralelamente umas às outras. Disto resulta uma estrutura bastante densa, com grandes grãos o que reduz o número de ligações fracas. Este alinhamento dos microcristais ao longo eixo c confere ao sistema YBCO texturizado um caráter fortemente anisotrópico, que se reflete em várias das suas propriedades. Em contraste com as amostras monocristalinas, nas quais a dimensão na orientação perpendicular ao plano ab é extremamente reduzida, nas amostras texturizadas pode-se efetuar medidas diretas ao longo da direção c, pois amostras de dimensões maiores que os monocristais podem ser preparadas por texturização [8, 10].

A produção de amostras texturizadas foi estudada inicialmente por Jin et al.[11] que introduziu a técnica de solidificação para o sistema YBCO, conhecida como “melt textured growth”

(MTG). Posteriormente muitas técnicas baseadas no MTG foram desenvolvidas[8, 9, 12, 10]. Entre estas técnicas a “top-seed melt-texturing-growth” (TSMG) destaca-se pela sua eficiência no processamento de monodomínios de Y123[13, 14]. A técnica TSMG consiste em depositar sobre o topo da amostra a ser texturizada um monocristal (semente) que atua como centro de nucleação, iniciando o crescimento do monodomínio quando o sistema, após aquecido, é lentamente resfriado. Este método vem sendo utilizado para crescer grandes monodomínios tanto na forma de discos como na forma retangular[15].

Em geral, nos métodos de texturização baseados na técnica MTG, a fase Y211, chamada de fase verde devido a sua cor característica, são adicionados à matriz de Y123, assim como outros dopantes. O objetivo da inclusão da fase Y211 é a criação de centros de aprisionamento de vórtices, contribuindo para o aumento da corrente crítica e também para otimizar a cinética do processo de texturização evitando a perda de líquido rico em Y_2O_3 . Os dopantes, tipo PtO_2 e CeO_2 , são adicionados com o objetivo de controlar as dimensões dos agregados da fase Y211[10].

2.1.4 Junções Supercondutoras de YBCO

A aplicação dos supercondutores como componentes de limitadores de corrente, sistemas de armazenagem de energia, rotores para motores e geradores exige materiais de dimensões e formas geométricas diversas. Pelas técnicas de texturização o processamento de amostras maiores que 10 cm de diâmetro é muito difícil de serem obtidas. Sendo assim a técnica de soldagem tem-se apresentado como uma alternativa para se obter amostras de maiores dimensões e diferentes formas.

Em geral o processo de soldagem é bastante simples, consistindo na união de dois pedaços de YBCO através do uso de um agente soldante também supercondutor que possua uma temperatura de fusão menor do que as peças a serem soldadas. Em muitos casos é utilizado como agente soldante, os supercondutores ReBCO, onde Re são os elementos de terras raras (Re=Yb, Tm e Er) que possuem ponto de fusão menor do que o ítrio, Y[16, 17, 18, 19]. Na produção da junção, uma fina fatia do agente soldante é disposta entre os pedaços do YBCO a serem soldados e então todo o conjunto é levado ao forno até a temperatura de fusão do agente soldante e quando este funde parcialmente o forno é resfriado lentamente (0,5 - 1,0°C/hora) para promover a recristalização do agente soldante com as peças.

Porém a utilização destes elementos de terra-rara favorece a segregação de fases nas inter-

faces da região soldada, causando uma redução da densidade de corrente na região. Além disso, o material obtido no término do processo não será o YBCO puro e por isso terá propriedades mecânicas diferentes em uma mesma amostra. Para eliminar esses problemas, Rodrigues Jr. et al.[1] utilizaram como agente soldante o compósito YBCO/Ag o qual apresenta temperatura de fusão menor que a do composto puro. Imagens magneto-ópticas das amostras, nas quais foi observado a penetração do fluxo magnético na amostra, indicaram que não houve a penetração do fluxo magnético na região de interface entre as peças soldadas e o agente soldante indicando boa qualidade do processo de soldagem[1]. O fator de sucesso da soldagem neste sistema deve-se à ausência de segregações de outras fases, sendo que o alinhamento cristalográfico é preservado na região da interface, ao contrário do que ocorre quando outros elementos de terras raras diferentes do Y são utilizados para o processamento de junções de YBCO[16, 17, 18, 19].

2.2 Propriedades Mecânicas

Os supercondutores são utilizados em aplicações tecnológicas em que são submetidos a tensões devido as forças magnéticas e mecânicas. Sendo assim, é importante que eles possuam boas propriedades mecânicas. Nesta seção são apresentadas as principais propriedades mecânicas de interesse neste estudo (módulo de elasticidade, dureza e tenacidade à fratura), bem com as técnicas para a sua obtenção. Neste capítulo também são descritos os resultados encontrados na literatura das propriedades mecânicas dos supercondutores do sistema YBCO.

2.2.1 Módulo de Elasticidade

Quando um material é submetido a uma tensão, σ , ele sofre uma deformação, ϵ [20, 21].

Para pequenas tensões é observada uma relação linear entre tensão e deformação que foi demonstrada experimentalmente por Robert Hooke em 1678:

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad (2.3)$$

A constante de proporcionalidade E é o módulo de elasticidade, também conhecido como Módulo de Young e representa o coeficiente angular elástico em um gráfico de tensão versus deformação no regime. A figura 2.5 mostra uma curva típica de tensão versus deformação. O regime elástico compreende a deformação inicial até atingir o ponto de escoamento. Ao aumentar a tensão a deformação aumenta até a fratura do material.

O módulo de elasticidade depende principalmente da composição, estrutura e natureza das ligações químicas entre os elementos do material. Tratamentos térmicos, conformações mecânicas e adições de agentes dopantes resultam em variações no valor do módulo de elasticidade do material[21]. O valor do módulo de elasticidade pode ser obtido por diferentes tipos de testes tais como ultrassom, penetração, curvatura, etc[20, 21].

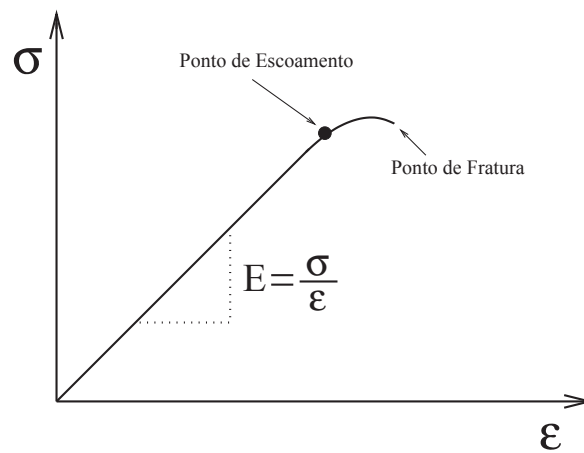


Figura 2.5: Curva típica de tensão versus deformação. O módulo de elasticidade E é o coeficiente angular no regime linear da curva, o qual representa o regime elástico do material que persiste até o ponto de escoamento.

2.2.2 Dureza

Em muitos casos não é possível realizar testes padronizados para determinar a curva de tensão versus deformação, porém é necessário conhecer as propriedades mecânicas do material. Um teste que pode ser feito em praticamente todo tipo de material é o de dureza.

A dureza é definida como uma resistência dos materiais a uma deformação permanente causada pela penetração de uma ponta ou por um risco. Ela não é uma propriedade física fundamental, porém é utilizada de maneira comparativa entre os materiais[21, 22]

O modo mais utilizado para a obtenção dos valores de dureza são os ensaios de penetração, onde a área da deformação plástica deixada por uma ponta esférica, pirâmidal ou cônica ao penetrar no material é determinada. Assim, a dureza é calculada pela razão da carga aplicada, P e por essa área de deformação plástica[20].

$$H = \frac{P}{A} \quad (2.4)$$

A unidade de dureza no SI é N/m^2 ou Pa (pascal).

2.2.3 Ensaios para obtenção dos valores da dureza

Com o avanço nos estudos das propriedades mecânicas, a tecnologia utilizada para a determinação das suas propriedades foi sendo aprimorada, sendo possível a realização de ensaios de penetração em materiais na escala nanométrica. A escolha do ensaio a ser utilizado na determinação dos valores da dureza dependerá das dimensões e da composição do material a ser estudado. O que diferencia um tipo de ensaio do outro é o valor da carga aplicada e a maneira como será obtido o valor da área de impressão, A , que depende da geometria do penetrador e da perspectiva podendo ser projetada ou de contato durante a penetração. A área projetada é a vista superior da impressão e a de contato é a área interna do material em contato com o penetrador[20, 21].

Em escala macroscópica os ensaios mais utilizados para a obtenção da dureza são os testes *Brinell* e *Rockwell*. No teste *Brinell* O penetrador utilizado é uma esfera de aço endurecido com cerca de 10 mm de diâmetro, a qual é pressionada durante 15 s no material, com cargas que variam de 500 Kgf (5000 N) a 3000 Kgf (30000 N). Já o teste *Rockwell* utiliza penetradores esféricos de aço endurecido com vários diâmetros ou uma ponta cônica de diamante. Os diâmetros dos penetradores variam de 1,5 mm a 13 mm. Neste ensaio a amostra é trazida para o indentador aplicando cargas entre 3 kgf (30 N) e 150 kfg (1500 N) e a dureza é obtida relacionando a profundidade em que o penetrador adentrou na amostra com a carga aplicada[20, 21].

Nos testes Brinell e Rockwell o valor da carga aplicada é bastante alta, deixando impressões relativamente grandes. Já os ensaios de microdureza utilizam penetradores do tipo Vickers ou Knoop e cargas aplicadas variando de 1 gf (0,01 N) e 1000 gf (10 N). Essas cargas

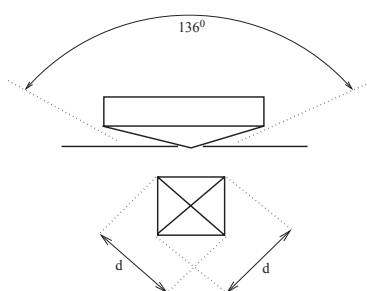


Figura 2.6: Representação do penetrador Vickers e da impressão residual após o descarregamento. O ângulo entre as faces é de 136°.

deixam impressões muito pequenas sendo visualizadas utilizando técnicas de microscopia. Os testes Vickers e Knoop são os mais utilizados em ensaios de microdureza. A diferença entre os dois testes é o tipo de penetrador utilizado. O penetrador Vickers é piramidal com uma base quadrada, onde suas faces estão afastadas com um ângulo de 136° (figura 2.6). A dureza obtida nesse teste é chamada de dureza Vickers e é determinada pela relação:

$$H_V = \frac{P}{A} = \frac{1,8544P}{d^2} \quad (2.5)$$

Onde d é a medida do comprimento das diagonais da impressão na superfície e P é a carga aplicada.

O penetrador Knoop também é de base piramidal, porém mais alongado que o penetrador Vickers, produzindo assim uma indentação rasa. Ele é utilizado em materiais mais frágeis. A dureza Knoop, H_K é dada por:

$$H_K = \frac{14,228P}{d^2} \quad (2.6)$$

Em ambas as equações d é a medida do comprimento da diagonal maior da impressão na superfície, P a carga aplicada. Nos ensaios de microdureza, a superfície que será penetrada deverá ser polida para que a rugosidade do material não afete a penetração.

2.2.4 Nanoindentação

Nanoindentação é um termo utilizado para designar experimentos de indentação nos quais são utilizadas cargas muito pequenas para pressionar um penetrador em uma superfície de maneira controlada durante o processo de penetração em profundidades submicrométricas[23].

A possibilidade de obtenção das propriedades mecânicas em escala nanométrica teve início em 1983 com o trabalho de Pethica et al.[24] que obtiveram os primeiros resultados utilizando um equipamento denominado de nanoindentador. Eles mostraram ser possível definir uma função capaz de fornecer o valor da área de impressão deixada pelo penetrador utilizando a profundidade de penetração após a retirada da ponta do material. Porém este método não considera a recuperação elástica do material após o processo de descarregamento. Em 1986 M. F. Doener e W. D. Nix[25] obtiveram a dureza e o módulo de elasticidade analisando a parte inicial da curva de descarregamento em função do deslocamento obtido, monitorando a carga aplicada no penetrador e o deslocamento sofrido por ele durante o processo de nanoindentação. Nesse método a parte inicial da curva de descarregamento é extrapolada para a obtenção da profundidade de contato do penetrador no interior do material. Eles consideraram a recuperação elástica sendo similar a de um punção cilíndrico onde a área de contato permanece constante durante o descarregamento do penetrador. Apesar dessa aproximação fornecer resultados melhores que os anteriores, ela não fornece uma boa precisão para os valores da área obtidos por essa técnica.

Em 1992 W. C. Oliver e G. M. Pharr[26] desenvolveram um método de análise utilizando a curva de carregamento em função do deslocamento sofrido pelo penetrador em todo o ciclo do processo de nanoindentação. Esse método é o mais utilizado nos dias de hoje para o estudo das propriedades mecânicas de superfícies, filmes finos e dispositivos que possuem dimensões submicrométricas. Os detalhes deste método serão analisados na seqüência.

2.2.5 O Nanoindentador

O equipamento utilizado para as medidas das propriedades mecânicas com precisão nanométrica é denominado nanoindentador. A figura 2.7 apresenta um esquema do nanoindentador. O penetrador está localizado no final de um sistema vertical suspenso por molas,

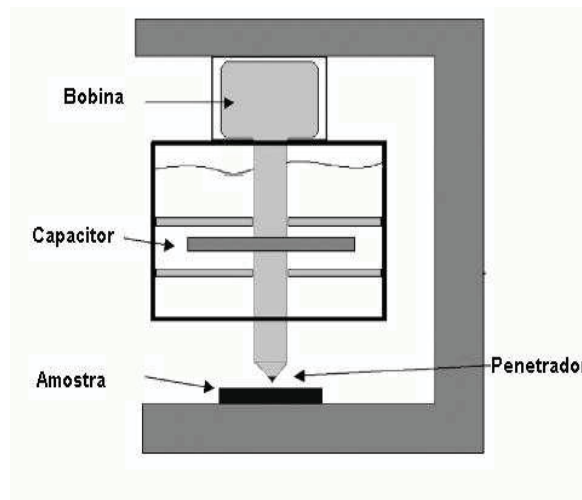


Figura 2.7: Desenho esquemático do nanoindentador[23].

ligado a uma bobina eletromagnética a qual faz o controle da força a ser aplicada no penetrador durante o procedimento de nanoindentação. O deslocamento sofrido pelo penetrador durante este processo é monitorado por um sistema de capacitores. A força aplicada pela bobina eletromagnética pode variar de $0,1\mu\text{N}$ à 500 mN . A resolução dos valores obtidos para o deslocamento do penetrador é de 1 nm . O penetrador geralmente utilizado é o Berkovich, de base piramidal com três lados com uma função de área em função da penetração semelhante a do penetrador Vickers[26].

2.2.6 O Método Oliver-Pharr

A figura 2.8 mostra uma curva típica de carga aplicada em função do deslocamento. Ela descreve o comportamento elasto-plástico do material durante um ensaio de nanoindentação. Estão indicadas na figura 2.8: a penetração máxima da ponta, h_{max} , a penetração residual após o descarregamento, h_f e a medida da rigidez, S . A recuperação elástica após a retirada do penetrador da amostra é fornecida pela diferença $h_{max} - h_f$. Essa curva fornece informações sobre a resposta da superfície à força aplicada, e conseqüentemente, sobre as suas propriedades mecânicas[23, 26]. A figura 2.9 apresenta um esquema da superfície durante e após a nanoindentação. Segundo W. C. Oliver e G. M. Pharr[26] a curva de descarregamento é regida pela

lei de potência:

$$P = \alpha(h - h_f)^m \quad (2.7)$$

onde P é a carga aplicada e h_f é a profundidade final de contato após a retirada do penetrador e α e m são parâmetros experimentais.

Baseado no método de Doener e Nix[25], W. C. Oliver e G. M. Pharr[26] propuseram um método para a obtenção da dureza e módulo de elasticidade, considerando que no início da curva de descarregamento estão contidas todas as informações sobre a recuperação elástica do material analisado. A equação base para as medidas de dureza e do módulo de elasticidade é:

$$h_c = h_{max} - \epsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (2.8)$$

onde S é a rigidez determinada no início da curva de descarregamento,

$$S = \frac{dP}{dh} \quad (2.9)$$

O parâmetro ϵ na equação 2.8 depende da forma do penetrador e é igual a 0,75 para penetradores piramidais de base triangular[23, 26].

O valor da área de contato, A_{h_c} , impressa após a retirada do penetrador é determinada por uma função da profundidade de contato, h_c , que é obtido a partir da equação 2.8. Para o penetrador Berkovich a relação é,

$$A_{h_c} = 24,5 h_c^2 \quad (2.10)$$

O valor do módulo elástico reduzido, E_r , pode ser calculado pela relação,

$$E_r = \frac{S}{2} \sqrt{\frac{\pi}{A_{h_c}}} \quad (2.11)$$

Uma vez conhecido o valor de E_r , o módulo elástico E do material analisado será encontrado pela equação,

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} \quad (2.12)$$

onde ν é a razão de Poisson e i indica os valores do material do penetrador. Os valores não indexados correspondem ao da amostra analisada.

A dureza é obtida pela expressão:

$$H = \frac{P}{A_{h_c}} \quad (2.13)$$

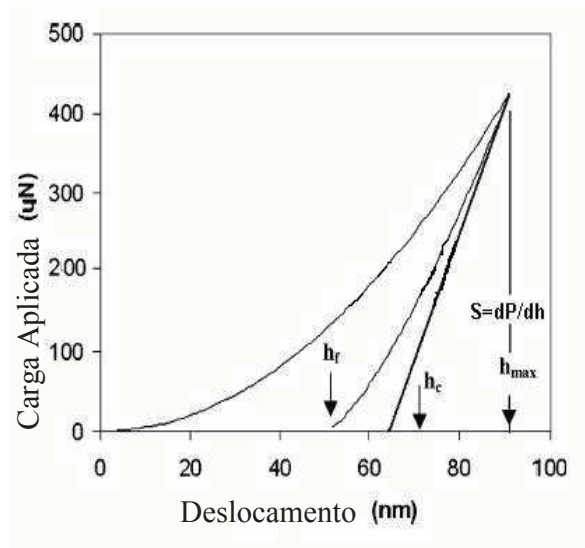


Figura 2.8: Curva típica da carga aplicada em função do deslocamento obtida durante um ensaio de nanoindentação. Onde: h_{max} é a profundidade máxima atingida pelo penetrador; h_f é a profundidade final do penetrador após a recuperação elástica; e S é a medida da rigidez do material[23, 26].

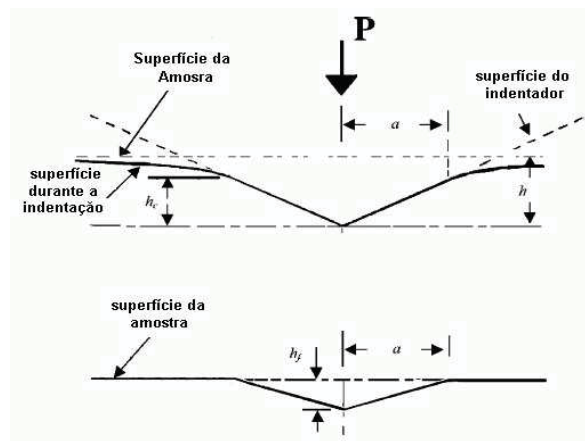


Figura 2.9: Representação esquemática da superfície durante a nanoindentação e após a retirada do penetrador[23, 26].

As principais limitações do método Oliver-Pharr, segundo C. M. Lepienski e C. E. Foester[23] estão separadas em três grupos: erros de calibração do equipamento e determinação da superfície de contato; erros devido a calibração da função, A_{hc} , para o penetrador e efeitos da superfície da amostra como a rugosidade.

2.3 Fratura

Fratura pode ser definida como o processo de separação ou fragmentação de um material em duas ou mais partes devido ao rompimento das ligações interatômicas, sendo classificadas de três maneiras: frágeis, semi-frágeis e dúcteis[20, 21, 27, 28]. A fragilidade de um material é ligada ao comportamento das discordâncias na região onde a trinca é nucleada. Em materiais frágeis, as discordâncias são praticamente imóveis e a fratura ocorre sem que haja uma deformação plástica do material. Nos materiais semifrágeis, as discordâncias são móveis porém o número de planos de deslizamento é restrito, havendo uma tendência para a ocorrência de alguma plasticidade inicial. E em materiais dúcteis são pequenas as restrições à movimentação das discordâncias onde a fratura é sempre acompanhada por deformação plástica. No processo da fratura dúctil, a energia envolvida é bem maior que as envolvidas na fratura frágil e semifrágil, devido a grande absorção de energia pelo material durante a deformação plástica[21, 27].

2.3.1 Modelo de Griffith

No início do século XX, na Inglaterra, Alan A. Griffith usou a primeira lei da termodinâmica para criar um modelo teórico para a análise da fratura baseado na energia total do sistema. Quando um sistema passa de um estado de não equilíbrio para o de equilíbrio a sua energia total sofre um decréscimo[28]. Uma trinca só poderá ser gerada somente se esse

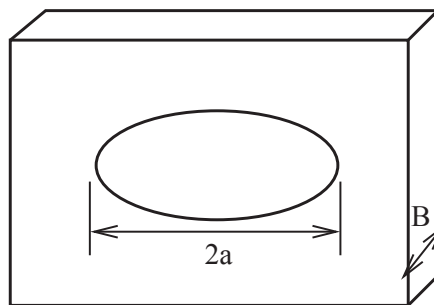


Figura 2.10: Modelo de Griffith para uma cavidade em uma placa sob tensão elástica. B é a espessura da placa e $2a$ o comprimento da cavidade interna.

processo causar um decréscimo da energia total do sistema ou se ela se mantiver constante. Portanto uma condição crítica para a formação da fratura, pode ser definida como o ponto onde o crescimento da trinca ocorre sem que haja alteração da energia total do sistema.

O modelo de Griffith leva em consideração uma placa sujeita a uma tensão σ , contendo uma trinca de comprimento $2a$ e espessura B , como pode ser visto na figura 2.10. O equilíbrio entre a energia elástica armazenada e a energia necessária para criar as novas superfícies da trinca resultam uma tensão de fratura σ_f , dada por:

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi a}} \quad (2.14)$$

onde E é o módulo de elasticidade, γ_s a energia necessária para a criação de uma nova superfície e a é a metade do comprimento da trinca. A equação 2.14 descreve a tensão necessária para a propagação da trinca, sendo válida para materiais idealmente frágeis[27].

Irwin e Orowan[27, 28] modificaram a equação 2.14 e obtiveram uma equação da tensão necessária para a propagação da trinca em materiais que se deformam plasticamente na ponta da trinca. Neste caso além da energia elástica necessária para a separação das superfícies, uma quantidade de energia é necessária para a deformação plástica sofrida na propagação da trinca. A equação de Irwin e Orowan é:

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2E(\gamma_s + \gamma_p)}{\pi a}} \quad (2.15)$$

onde γ_p é a energia despendida durante a deformação plástica, sendo, na maioria dos casos, muito maior que γ_s .

2.3.2 Fator Concentrador de Tensão

Inglis em 1913[27] usou a teoria da elasticidade para estudar uma cavidade elíptica em uma placa tensionada uniformemente, σ , como mostrado na figura 2.11.

A tensão é distribuída ao longo da placa, sendo que σ_A , a tensão máxima que ocorre na ponta da cavidade e é expressa por[27, 28]:

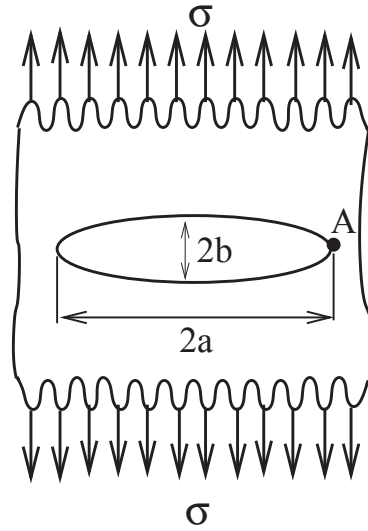


Figura 2.11: Representação do modelo de Inglis, uma placa sofrendo uma tensão plana nas extremidades, σ , contendo uma cavidade onde σ_A é a tensão máxima localizada na ponta da cavidade.

$$\sigma_A = \sigma \left(1 + 2\frac{a}{b}\right) \quad (2.16)$$

onde σ a tensão aplicada na placa, a e b são os semi-eixos maior e menor, respectivamente.

Para o caso de uma trinca estreita de comprimento $2a$, possuindo um raio de curvatura ρ , que vale:

$$\rho = \frac{b^2}{a} \quad (2.17)$$

a equação 2.16 fica [28]:

$$\sigma_A = \sigma \left(1 + 2\sqrt{\frac{a}{\rho}}\right) \quad (2.18)$$

Pela equação 2.18 observa-se que quando o raio de curvatura for muito pequeno a tensão local será muito grande, sendo que no limite $\rho \rightarrow 0$ a tensão na ponta da trinca tende para o infinito, $\sigma_A \rightarrow \infty$. O termo $2\sqrt{\frac{a}{\rho}}$ é definido como fator concentrador de tensão K_I . Este fator expressa os efeitos da geometria da trinca.

2.3.3 Campos de Tensão na Ponta da Trinca

A trinca pode ser definida como uma superfície livre, interna e plana localizada em um campo de tensão elástica linear[28]. A figura 2.12 define um sistema de coordenadas polares com a origem na ponta da trinca.

Usando como base a mecânica linear elástica de fratura (MLEF), as tensões nas proximidades da trinca são dadas por[27, 28]:

$$\sigma_{r\theta} = \frac{K_i}{\sqrt{2\pi r}} f_i(\theta) \quad (2.19)$$

onde r e θ são coordenadas polares definidas na figura 2.12, $f_i(\theta)$ é uma função angular que depende da direção e do modo de fratura envolvido. A grandeza K_i é o fator intensidade de tensão e o subscrito i refere-se ao modo de carregamento.

A figura 2.13 apresenta os três modos básicos de carregamento que podem ser aplicados numa trinca. O Modo I na figura 2.13(a) é chamado de modo de abertura. Nele a tensão de tração é normal as faces da trinca. O Modo II, observado na figura 2.13(b), é denominado módulo de deslizamento ou cisalhamento dianteiro, onde a tensão de cisalhamento é normal à aresta que avança. O Modo III, também chamado de modo de rasgamento ou ainda cisalhamento transversal. A tensão de cisalhamento é paralela a aresta que avança.

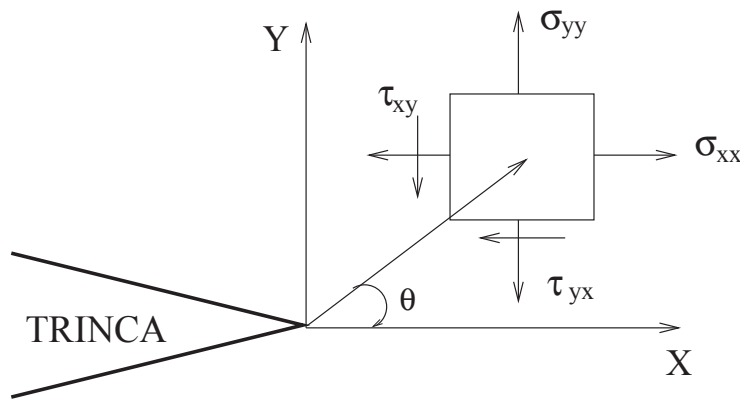


Figura 2.12: Representação do campo de tensões na ponta da trinca. A direção Z é normal à página. σ é a tensão e τ é a tração próximos da ponta da trinca[21].

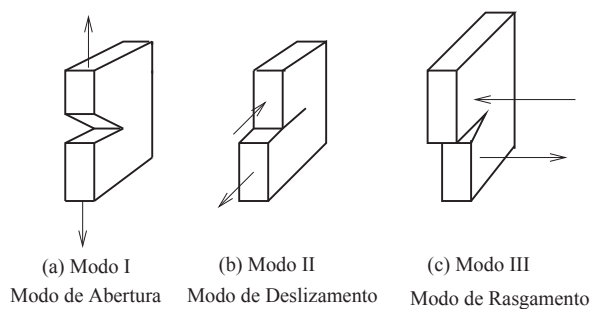


Figura 2.13: Representação do três modos de fratura.

2.4 Tenacidade à Fratura

Quando a ductilidade é baixa em um material, ele não é capaz de relaxar as tensões de pico. Então a fratura se propaga rapidamente, com muito pouca ou nenhuma deformação plástica nas regiões próximas à superfície da trinca. Em uma fratura frágil, a propagação da trinca é repentina, rápida e instável.[21].

São abundantes os exemplos de ocorrência de fraturas frágeis, causando falhas catastróficas em navios, pontes, oleodutos, etc. Dada a grande importância da fratura frágil no cotidiano, se faz necessário uma medida quantitativa da resistência de um material à propagação de trincas. Essa medida quantitativa, na mecânica linear elástica da fratura (MLEF), é denominada de tenacidade à fratura. A tenacidade à fratura é a força necessária para estender uma trinca através de um membro estrutural[21, 27], sendo uma medida da resistência do material para a propagação da trinca[29].

2.4.1 Ensaios de Tenacidade à Fratura

Os ensaios mais utilizados para a obtenção do valor da tenacidade à fratura são: ensaio de flexão e ensaio de penetração. Ambos serão descritos a seguir.

Ensaio de Flexão

O ensaio de flexão consiste na aplicação de uma carga P no centro de um corpo-de-prova, apoiado em dois pontos. A carga aplicada parte de um valor inicial igual a zero e aumenta lentamente até a ruptura do corpo-de-prova. O valor da carga aplicada versus o deslocamento do ponto central é a resposta do ensaio[30]. A tenacidade é determinada pela área do gráfico tensão versus deflexão. Admitindo que o gráfico apresente um formato parabólico a tenacidade à fratura é dada por[30]:

$$U_{tf} = \frac{2P_{max} \times y_f}{3S \times l} \quad (2.20)$$

onde:

U_{tf} = valor numérico da tenacidade à fratura em flexão;

P_{max} = carga máxima atingida no ensaio;

y_f = flexão máxima nessa carga;

S = área;

l = comprimento do corpo de prova.

Ensaio de Penetração

O ensaio de penetração consiste em pressionar uma ponta na superfície do material a ser estudado. Um ensaio de penetração pode gerar diversos tipos de trincas na superfície de um material frágil. Cook e Pharr[31] observaram cinco tipos principais de trincas. São elas: trincas cônicas, medianas, "half-penny", radiais e laterais. O aparecimento destas trincas depende do tipo de penetrador utilizado no ensaio, do material em estudo, de fatores do ambiente, da carga máxima aplicada. As trincas podem surgir de qualquer um dos fatores acima mencionados ou da combinação destes fatores.

Durante um ensaio de penetração vários tipos de trincas são formadas. As principais delas são as trincas radiais e as laterais. A figura 2.14 mostra um desenho esquemático apresentando a formação das trincas radial e lateral durante um ensaio de penetração utilizando uma ponta piramidal. Após a retirada do penetrador ocorre remoção de material ao redor da impressão do penetrador devido a existência da trinca lateral. Na figura 2.14, $2c$ é o comprimento da trinca radial e $2L$ o comprimento da trinca lateral.

Na superfície de um material, onde foi realizado um ensaio de penetração, o início e propagação da trinca são determinados pelas propriedades elasto-plástica do material, pela tensão residual deixada pelo penetrador e pela tenacidade à fratura[27, 31].

Lawn e Evans[32] realizaram análises das trincas medianas em materiais monolíticos produzidas por um penetrador Vickers em um campo elasto-plástico. Eles obtiveram uma equação empírica que estabelece o valor da carga crítica para o surgimento da trinca:

$$P_c = 21,7 \times 10^3 \frac{K_{Ic}^4}{H^3} \quad (2.21)$$

onde H é a dureza do material e K_{Ic} é o fator intensificador de tensão para o modo I de abertura da trinca. Para o penetrador canto de cubo, P_c possui menor valor que para os penetradores Vickers e Berkovich.

O fator $21,7 \times 10^3$ na equação 2.21 é referente a geometria do penetrador Vickers. Este fator também é válido para o penetrador Berkovich desde que a função de área residual do penetrador[26] descrita na equação 2.10 seja igual a do penetrador Vickers. O penetrador Berkovich possui uma base piramidal com três lados, fazendo um ângulo de $65,3^\circ$ entre a mediana e a normal de cada face.

O método mais utilizado na determinação do valor da tenacidade à fratura usa o compri-

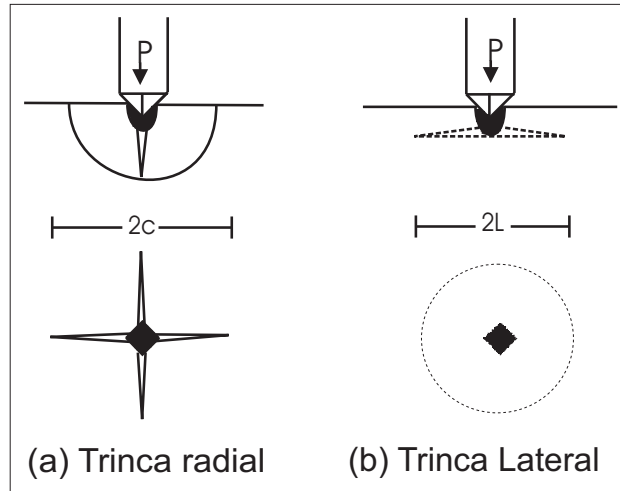


Figura 2.14: Desenho esquemático mostrando a formação das trincas radial e lateral num ensaio com penetrador de base piramidal. P é a carga aplicada pelo penetrador. (a) Trinca radial de comprimento c . (b) Trinca Lateral de comprimento L .

mento das trincas radiais geradas por um penetrador piramidal do tipo Vickers. A figura 2.14 mostra como as trincas radiais e laterais são geradas neste tipo de ensaio. A trinca radial se forma paralelamente ao eixo de carregamento (sob a ponta do penetrador) e cresce nas bordas da impressão plástica. A trinca lateral surge abaixo da zona de deformação e cresce paralelamente a superfície. Geralmente a trinca lateral possui formato circular[31].

A relação que fornece o valor da tenacidade à fratura, obtido da medidas trincas radiais, é dada por[22]:

$$K_{Ic} = \chi_r \frac{P}{c^{3/2}} \quad (2.22)$$

Onde c é o comprimento da trinca radial, medido do centro da indentação até a ponta da trinca. O fator χ_r está relacionado com o tamanho da zona plástica. Para os penetradores Vickers e Berkovich esse fator é fornecido pela relação:

$$\chi_r = \alpha \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \quad (2.23)$$

sendo α um fator que está relacionado com a geometria do indentador e é obtido empiricamente através de um gráfico normalizado de K_{Ic} versus P . Para penetradores Berkovich e Vickers $\alpha = 0,016 \pm 0,004$ [27, 32, 33]. O valor de α para o penetrador canto-de-cubo é de 0,036 com uma precisão de aproximadamente $\pm 40\%$ [33].

A razão E/H na equação 2.23 é um parâmetro importante para contatos elasto-plásticos, sendo que a dureza (H) quantifica o carregamento e o módulo de elasticidade (E) o descarregamento. Baixos valores de (E/H) implicam numa forte recuperação elástica, permitindo uma extensão maior das trincas radiais no ciclo de descarregamento[27].

A equação da tenacidade à fratura é apresentada comumente como:

$$K_{Ic} = \alpha \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (2.24)$$

No caso de penetrador canto de cubo, a carga crítica para o surgimento de trincas é menor. Isto facilita o estudo nos casos em que a amostra ou a região a ser indentada é pequena. Ou quando a carga máxima aplicada pelo equipamento de indentação é baixa, como no caso do nanoindentador.

2.5 Propriedades Mecânicas do YBCO

As aplicações elétricas dos supercondutores estão ligadas com a utilização de fios. O grande problema na história dos supercondutores de alta temperatura crítica, em especial o YBCO, é a dificuldade da produção de fios. Para a fabricação de fios os supercondutores necessitariam ser resistentes, flexíveis, dúcteis e capazes de transportarem altas densidades de corrente elétrica. Portanto, a fragilidade das cerâmicas cria um grande obstáculo para o uso de fios de YBCO. Com o objetivo de compreender melhor o comportamento das propriedades mecânicas do YBCO, pesquisadores realizaram estudos destas propriedades. Nesta seção será apresentada a revisão bibliográfica das pesquisas sobre o módulo de elasticidade, da dureza e da tenacidade a fratura do YBCO.

2.5.1 Módulo de Elasticidade e Dureza do YBCO

Os valores do módulo de elasticidade e da dureza do YBCO, encontrados na literatura, variam consideravelmente dependendo de como a amostra foi processada e do método utilizado para a obtenção das propriedades mecânicas. As tabelas 2.3 e 2.4 apresentam respectivamente os valores do módulo de elasticidade e da dureza encontrados na literatura.

M. Murakami et al.[34] fizeram medidas diretas em amostras texturizadas de YBCO puro e em amostras contendo precipitados de prata. Eles observaram que os valores da deformação e conseqüentemente do módulo de elasticidade, são diferentes para regiões distintas de uma mesma amostra verificando que não são uniformes[34]. Também existe uma dependência do módulo de elasticidade com quantidade de prata inserida na matriz do YBCO, onde o módulo decresce em função da quantidade de Ag na amostra. F. M. Murakami et. al em 1992[35, 36] relataram valores do módulo de elasticidade e de dureza medidos, em 1991, por Goyal et. al.[37] no YBCO texturizado, utilizando o método de nanoindentação. Os valores do módulo de elasticidade e da dureza no plano ab são de 182 ± 4 GPa e $10,8 \pm 2$ GPa, respectivamente. Eles também realizaram testes nos grãos da fase 211 do YBCO e obtiveram valores de 213 ± 5 GPa e 14 ± 2 GPa para o módulo de elasticidade e para a dureza respectivamente. Em 1992, em outro trabalho, A. Goyal et al.[38], obtiveram o valor da dureza no plano ab do YBCO texturizado, utilizando penetradores Vickers e Knoop. O valor da dureza obtido pelos autores no plano ab

foi o de 6,7 GPa nas amostras texturizadas[38]. Os autores citam o valor de 220 ± 20 GPa do módulo de elasticidade do monocristal de YBCO, obtido por ultrassom no plano ab[38]. Segundo F. Tancrét[36] o valor do módulo de elasticidade em policristais comuns é menor que o valor encontrado nas amostras texturizadas devido a maior quantidade de ligações de grãos existentes nos policristais comuns de YBCO.

Reddy et. al.[40], utilizando a técnica de ultrassom, realizaram medidas do módulo de elasticidade em função da temperatura no YBCO texturizado. A figura 2.15 apresenta um gráfico do módulo de elasticidade em função da temperatura. O módulo de elasticidade possui comportamento anômalo quando a temperatura é aproximadamente 32 K maior que a temperatura crítica do YBCO que é de 92 K. Essa anomalia pode estar associada a uma instabilidade sofrida pelo material a algumas dezenas de graus acima da sua temperatura crítica[40].

Foerster et. al.[41], utilizando a técnica de nanoindentação, estudaram o módulo de elasticidade e a dureza do YBCO dopado com concentrações diferentes de prata. O penetrador utilizado foi o Berkovich, com carga máxima de 320 mN. Nesta carga máxima, o penetrador atingiu a profundidade de 1300 nm. Segundo os autores, o módulo de elasticidade e a dureza apresentaram maiores valores para concentrações de 5% de Ag ($E=220$ GPa e $H=9,5$ GPa). Nas amostras com 10% de Ag o módulo de elasticidade e a dureza são aproximadamente de 135 GPa e 8 GPa respectivamente. Estes valores são os mesmos para as amostras que continham 15 % de Ag.

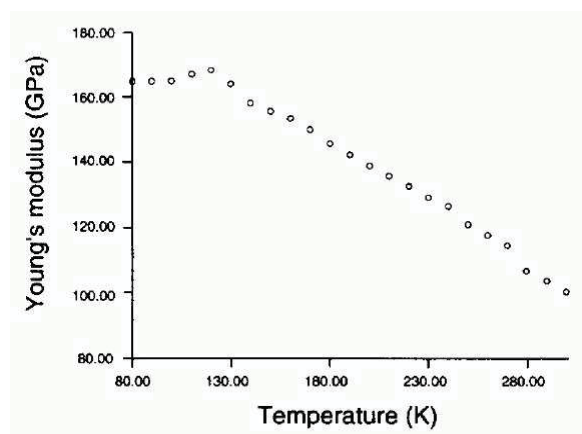


Figura 2.15: Módulo de elasticidade do YBCO texturizado em função da temperatura. Valores determinados por ultrassom[40].

E (GPa)	Tipo da Amostra	Técnica	Referência
75-120	Sinterizada sem e com Ag	não cita	Sheahen[7]
200	não cita	não cita	Sheahen[7]
220±20	monocristal	ultrasom	Goyal et al.[38]
95,89	Texturizada	ultrasom	Reddy et al.[40]
182	Texturizada	Nanoindentação	Goyal et al. [37]
135	Texturizada com 5% wt de Ag	Nanoindentação	Foerster et al.[41]
220	Texturizada com 10 e 15% wt de Ag	Nanoindentação	Foerster et al.[41]
210	Filme fino	Indentação com AFM	Soifer et al.[42]
213	YBCO-211	Nanoindentação	Goyal et al.[37]

Tabela 2.3: Valores do módulo de elasticidade em temperatura ambiente (25 °C) do YBCO encontrados na literatura.

H (GPa)	Tipo da Amostra	Técnica	Referência
8,7	monocristal	Vickers	Cook et al.[39]
6,7	Texturizada	Vickers	Goyal et al.[38]
10,8	Texturizada	Nanoindentação	Goyal et al.[37]
8,0	Texturizada com 5% wt Ag	Nanoindentação	Foerster et al.[41]
9,5	Texturizada com 10 e 15% wt Ag	Nanoindentação	Foerster et al.[41]
8,5	Filme fino	Indentação com AFM	Soifer[42]
14,0	YBCO-211	Nanoindentação	Goyal et al.[37]

Tabela 2.4: Valores da dureza obtidos na temperatura ambiente (25°C) citados na literatura de diversas amostras do sistema YBCO.

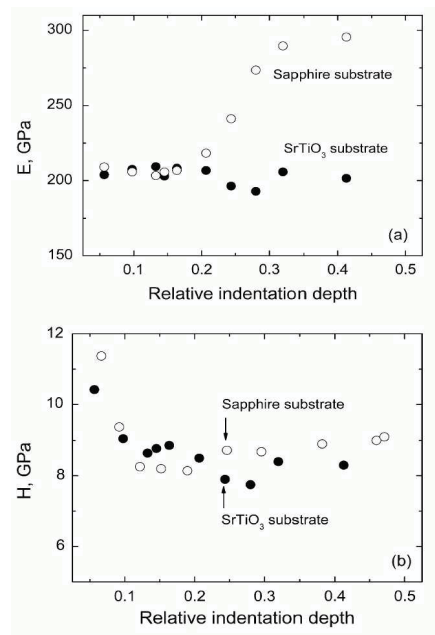


Figura 2.16: Módulo de elasticidade e dureza de filmes de YBCO depositado sobre substrato de safira e substrato de SrTiO₃ em função da profundidade do indentador em relação a espessura do filme[42].

Em 2003 Soifer et. al.[42] realizaram um estudo das propriedades mecânicas em filmes finos de YBCO depositados sobre substratos de safira e SrTiO₃. As propriedades mecânicas foram determinadas em temperatura ambiente, utilizando para a obtenção dos valores de dureza e módulo de elasticidade um tipo de nanoindentador que utiliza a estrutura de um microscópio de força atômica (Autoprobe CP AFM fabricado pela Park Scientific). Os valores da dureza e módulo de elasticidade foram calculados diretamente da curva de carga aplicada versus deslocamento através do método Oliver-Pharr. As espessuras dos filmes eram de 500 nm e 300 nm para os substratos de SrTiO₃ e safira, respectivamente. A figura 2.16 mostra a dependência do módulo de elasticidade e da dureza em função da profundidade relativa (profundidade do penetrador dividida pela profundidade do filme onde a penetração foi realizada) atingida pelo penetrador. Os efeitos dos diferentes substratos aparecem quando a profundidade relativa da indentação é cerca de 20% da espessura do filme. Os autores concluíram que os valores do módulo de elasticidade e da dureza, dos filmes finos do YBCO-123, são aproximadamente de 210 GPa e de 8,5 GPa, respectivamente.

2.5.2 Tenacidade à Fratura do YBCO

Os valores da tenacidade à fratura, K_{IC} , encontrados na literatura são apresentados na tabela 2.5. Sheahen[7] faz referência aos valores da tenacidade obtidos por Singh et al., estando os mesmos na faixa de $0,8$ a $1MPa\sqrt{m}$ para as amostras do YBCO sinterizado. Os testes realizados por K. Salama et al., também referidos em Sheahen[7] mostraram que nas amostras sinterizadas que não contém precipitados de Ag o valor da tenacidade a fratura é aproximadamente de $1,5MPa\sqrt{m}$. Quando 20% de precipitados de prata são adicionados no processamento o valor da tenacidade aumenta para $3,8MPa\sqrt{m}$.

Esse aumento no valor da tenacidade é atribuído a uma melhor aderência entre os diversos grãos do Y123 devido a presença da prata entre os contornos dos grãos. Pode ser também que para ensaios de flexão ocorra a deformação plástica da prata. Nas amostras do Y123 texturizado o valor da tenacidade não sofreu alteração quando adicionado prata na sua estrutura, mantendo valores idênticos tanto para o Y123 puro como para amostras de Y123 com diferentes concentrações de prata na sua estrutura[7].

Tancret et. al.[43] apresentaram um estudo realizado em 1998 onde os autores obtiveram a

$K_{IC}(MPa\sqrt{m})$	Amostra	Técnica	Referência
0,8-1,0	YBCO sinterizado	flexão	Sheahen[7]
0,8	Monocristal	Vickers	F. Tancret et al.[43]
1,1	Monocristal	Vickers	Cook et al.[39]
1,6	YBCO texturizado	flexão	Sheahen[7]
1,43-1,65	YBCO texturizado	Vickers	Tancret et al.[43]
0,99-1,2	YBCO texturizado	Vickers	Murakami et al.[35]
1,6	YBCO com 5, 15 e 25 % de Ag Texturizado	flexão	Sheahen[7].
3,8	YBCO com 20% Ag sinterizado	flexão	Sheahen[7]
1,95	YBCO com 10% Ag texturizado	Vickers	Tancret et al.[43]
2,34	YBCO com 20% Ag texturizado	Vickers	Tancret et al.[43]
1,6-2,1	YBCO com Ag texturizado	Vickers	Murakami et al.[35]

Tabela 2.5: Valores da tenacidade à fratura para plano ab de amostras do sistema YBCO encontrados na literatura.

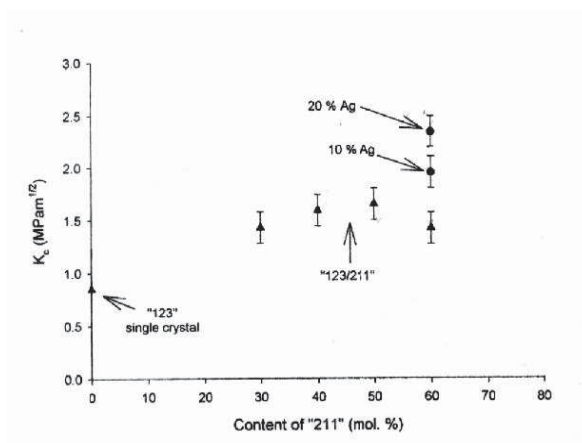


Figura 2.17: Tenacidade a fratura do YBCO texturizado com partículas de YBCO-211 e YBCO com precipitados de Ag. Há um aumento da tenacidade em relação ao monocristal do YBCO puro. As barras de erro são devido ao espalhamento do comprimento das trincas[43].

tenacidade à fratura utilizando o comprimento das trincas radiais geradas durante o processo de indentação Vickers. As cargas aplicadas foram elevadas e variaram de 4,9 a 300 N. As amostras utilizadas foram de YBCO texturizado, contendo precipitados da fase 211 e partículas de prata. As indentações foram feitas no plano ab da amostra. A figura 2.17 apresenta os resultados desse estudo. É possível observar pelo gráfico um aumento no valor da tenacidade nas amostras que contém as partículas da fase 211 e nas amostras contendo a prata. As cargas aplicadas geram trincas que atingem regiões onde existem aglomerados de prata. Esse estudo também foi realizado por Murakami et. al.[35] em 1992. Os autores concluíram que há aumento no valor da tenacidade das amostras do Y123 texturizadas, contendo em sua estrutura partículas da fase 211, se comparado com o valor obtido para o monocristal de YBCO. Os valores encontrados, para o plano ab das amostras texturizadas, por Murakami et al.[35] é de 0,99 à 1,2 $MPa\sqrt{m}$ para o Y123 puro e de 1,6 à 2,1 $MPa\sqrt{m}$ nas amostras de Y123 contendo precipitados da fase 211.

Não foi verificada a existência de trabalhos utilizando o penetrador canto de cubo para medir a tenacidade à fratura do YBCO. Os métodos utilizados, nas referências citadas para obtenção da tenacidade à fratura, utilizam cargas relativamente altas quando comparadas com as necessárias para o aparecimento de trincas com ponta canto de cubo e portanto o resultado corresponde a um valor médio da tenacidade já que as trincas atingem diferentes ângulos.

3

Procedimento Experimental

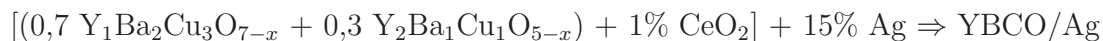
Neste capítulo são apresentadas as técnicas experimentais para o processamento da junção no YBCO utilizando como agente soldante o YBCO/Ag, a preparação das amostras para o estudo das propriedades mecânicas (módulo de elasticidade e dureza) e a tenacidade à fratura das amostras utilizadas para a soldagem da junção e na própria junção de YBCO.

3.1 Processamento da Junção

Os seguintes materiais foram utilizados no processamento da junção:



e



Estes materiais foram preparados pela técnica de texturização "top-seeding melt textured growth" (TSMG) [8, 10] no Laboratório de Materiais Supercondutores do Departamento de Física da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

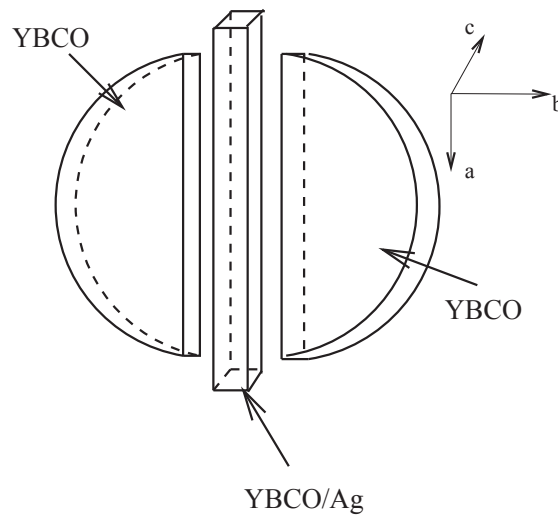


Figura 3.1: Desenho esquemático apresentando a posição das amostras antes de serem submetidos ao processo térmico. O agente soldante YBCO/Ag foi colocado entre dois pedaços de YBCO formando uma estrutura do tipo sanduiche.

Amostras utilizadas possuíam formato cilíndrico, com 12 mm de diâmetro e 8 mm de altura. As amostras de YBCO e YBCO/Ag foram cortadas paralelamente ao eixo c , utilizando uma serra de diamante de baixa rotação. Do agente soldante (YBCO/Ag) o corte removeu uma fatia com 1 mm de espessura. O corte do agente soldante também foi realizado utilizando uma serra de diamante em baixa rotação.

As faces do plano paralelo ao eixo c , na região do corte das amostras, foram polidas mecanicamente, com pasta de diamante, em três etapas. Na primeira etapa foram utilizados grãos de diamante com $6\ \mu m$ de diâmetro. Na segunda etapa o diâmetro dos grãos de diamante usados foi de $3\ \mu m$. Na terceira etapa o tamanho dos grãos usados foi de $1/4\ \mu m$. O objetivo do polimento foi promover uma boa acomodação das faces que seriam unidas na soldagem, para que elas não ficassem contendo frestas as quais prejudicariam a boa qualidade da junção.

O YBCO/Ag foi utilizado como agente soldante por possuir uma temperatura de fusão de aproximadamente 970°C , sendo menor que a temperatura de fusão do YBCO que é de aproximadamente de 1010°C .

A figura 3.1 apresenta um desenho esquemático de como foi realizada a montagem do conjunto antes do processo de soldagem. O agente soldante YBCO/Ag foi colocado entre os dois

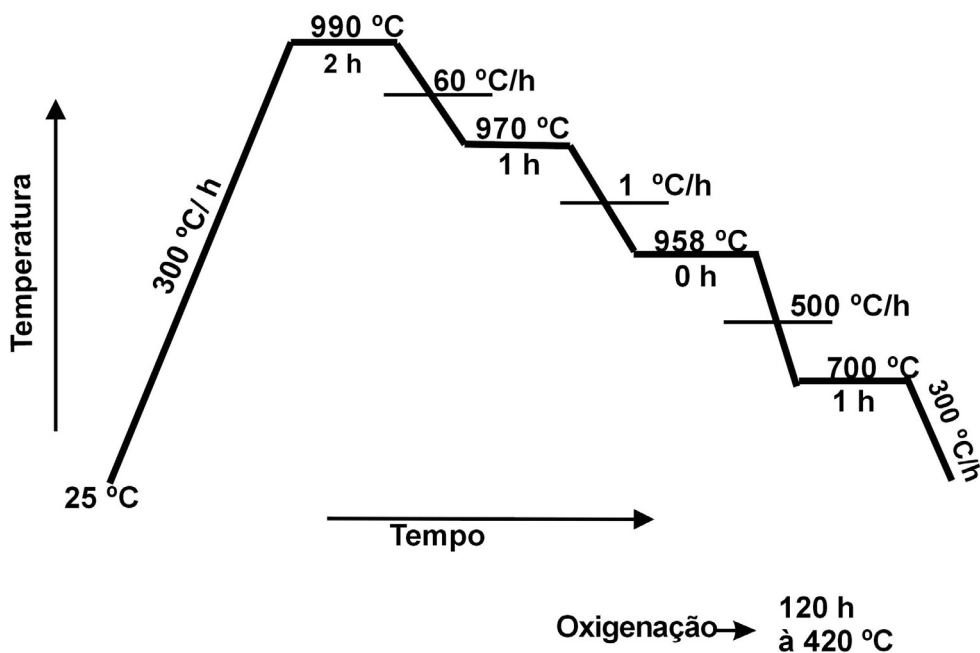


Figura 3.2: Desenho esquemático do ciclo térmico para processamento de soldagem do YBCO utilizando YBCO/Ag como agente soldante. A amostra posteriormente foi oxigenada por 120 horas numa temperatura de 420°C

pedaços do YBCO de maneira que o YBCO/Ag ficasse paralelo ao eixo c dos dois pedaços de YBCO formando uma estrutura do tipo sanduiche. Uma leve pressão foi aplicada ao conjunto utilizando fio cantal, de maneira à otimizar o contato entre as faces. Em seguida, o conjunto foi levado ao forno em um cadinho de alumina para ser submetido ao processo térmico.

A figura 3.2 apresenta um esquema do ciclo térmico a que o conjunto foi submetido no processamento. A amostra é aquecida rapidamente até a temperatura de 990°C e permanecendo nesta temperatura por 2 horas. Na próxima etapa a temperatura é diminuída com a velocidade de 60°C/h até 970°C permanecendo nesta temperatura por 1 hora. Então, o conjunto foi resfriado lentamente (1°C/h) até atingir 958°C. Nessa etapa ocorre a texturização do agente soldante formando a junção nos dois semicilindros de YBCO próximos a interface. Após o ciclo térmico, a amostra foi oxigenada por 120 horas em uma temperatura de 450°C.

3.1.1 Medidas das Propriedades Mecânicas

Antes de serem submetidas aos testes para a obtenção das propriedades mecânicas, as amostras foram polidas mecânicamente utilizando pasta de diamante, com dimensões de $3\ \mu\text{m}$, $1\ \mu\text{m}$ e $0,25\ \mu\text{m}$, fabricada pela empresa Arotec. Para a realização do polimento, as amostras foram colocadas num suporte metálico. Na lubrificação das amostras, utilizou-se líquido lubrificante específico para materiais não metálicos. O polimento foi realizado no Laboratório de Materiais Supercondutores, no Departamento de Física da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

As propriedades mecânicas foram determinadas utilizando o Nanoindenter XP da MTS Instruments, USA, no Laboratório de Propriedades Nanomecânicas do Departamento de Física da Universidade Federal do Paraná. A dureza e o módulo de elasticidade foram calculados pelo método Oliver-Pharr[26] previamente descrito na seção 3.1. Foi utilizado o penetrador Berkovich no estudo da dureza e módulo de elasticidade, e o penetrador canto-de-cubo para gerar as trincas para o estudo da tenacidade à fratura.

As propriedades mecânicas das amostras de YBCO e YBCO/Ag foram determinadas nas peças utilizadas antes de serem submetidas ao processo de soldagem. Na amostra soldada as propriedades mecânicas foram obtidas em três regiões distintas na superfície perpendicular

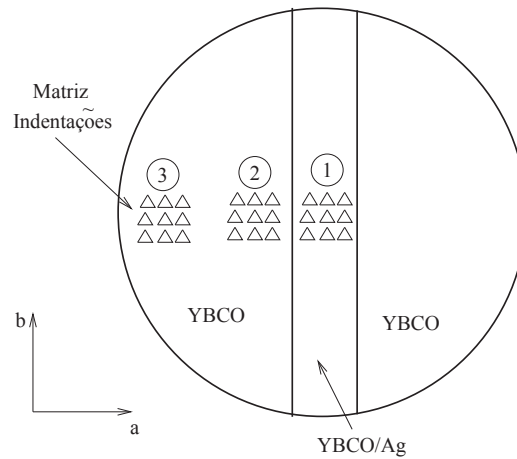


Figura 3.3: Desenho esquemático das penetrações realizadas na amostra soldada. Os números indicam a região onde a matriz das penetrações foi feita. A região 1 corresponde ao agente soldante, a região 2 está próxima a interface entre o YBCO/Ag e o YBCO e a região 3 se encontra afastada da interface.

ao eixo c. A figura 3.3 apresenta um esquema mostrando as regiões onde foram realizadas as penetrações na junção. As regiões foram:

- Região 1: região do agente soldante YBCO/Ag;
- Região 2: região do YBCO localizada aproximadamente 1mm da interface entre a junta soldada e o YBCO ;
- Região 3: região afastada da interface da junta soldada.

Na determinação do módulo de elasticidade e dureza, foram feitas matrizes com 20 penetrações, cada uma constando de 8 ciclos carregamento-descarregamento aplicando-se cargas crescentes. A figura 3.4 apresenta o gráfico da carga aplicada versus o tempo de duração de cada indentação. Em cada ciclo carregamento-descarregamento a carga foi aplicada em 15 segundos, a ponta permaneceu na carga máxima durante 10 segundos e o descarregamento foi de 15 segundos, para cada uma das 8 cargas aplicadas em cada indentação.

No estudo da tenacidade à fratura foi utilizado o penetrador canto de cubo para a nucleação das trincas. A figura 3.5 apresenta a evolução da carga com o tempo para esse tipo de indentação. As indentações foram feitas com um só carregamento, onde a carga máxima aplicada é atingida em 15 segundos. Após 15 segundos na carga máxima dá-se início ao descar-

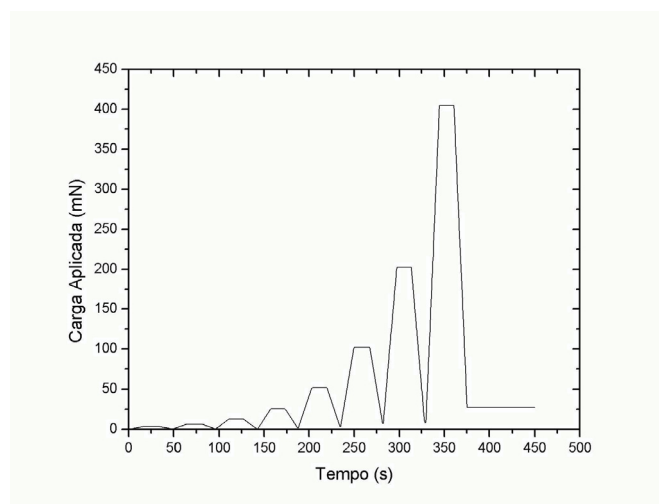


Figura 3.4: Carga aplicada versus tempo. Numa mesma indentação foram realizados 8 carregamentos. O valor da carga máxima é atingido em 15 segundos, a ponta permanece em contato com a amostra na carga máxima durante 10 s e o processo de descarregamento é realizado em 15 segundos.

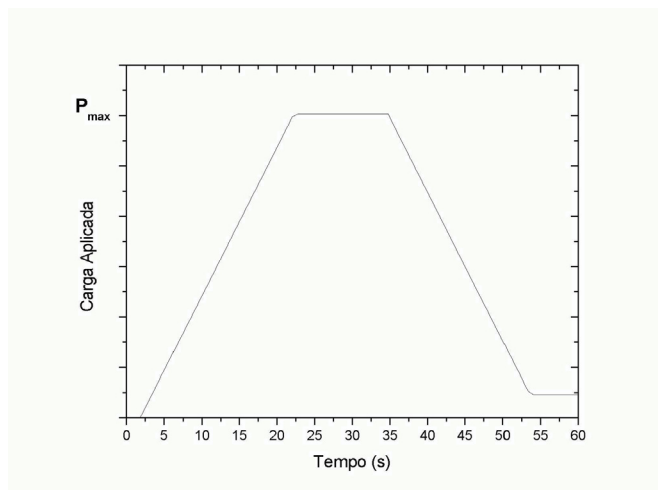


Figura 3.5: Gráfico da carga aplicada versus o tempo de duração da indentação. Indentação realizada com o penetrador canto de cubo para a obtenção dos valores da tenacidade à fratura. O carregamento é feito em 15 segundos, o penetrador permanece 15 segundos na carga máxima e é removido em 15 segundos.

regamento, o qual também tem duração de 15 segundos. Nestes casos, uma só carga foi aplicada com valores de 100 mN, 200 mN e 300 mN nas amostras antes de sofrerem o processamento de soldagem. Para as três regiões da junção as cargas aplicadas foram 100 mN, 200 mN e 400 mN. Na amostra que foi soldada foram feitas 50 indentações numa matriz 5 x 10 com 80 μm de distância entre uma indentação e outra, com as cargas máximas descritas acima em três regiões conforme pode ser visto no esquema da figura 3.3. A região 1 é onde está o agente soldante, a região 2 é muito próxima a interface entre a junta soldada e o YBCO. A região 3 ficou numa região afastada da interface. As indentações foram observadas em um microscópio eletrônico de varredura do Centro de Microscopia da Universidade Federal do Paraná. As imagens obtidas foram analisadas pelo programa computacional de tratamento de imagens UTHSCA Image Tool, versão 3.0 desenvolvido pelo Centro de Ciência da Saúde da Universidade do Texas em Santo Antonio Estados Unidos [45], para a determinação do comprimento das trincas-radiais.

4

Resultados e Discussão

A caracterização microscópica da junção de YBCO processada utilizando YBCO/Ag como agente soldante e os resultados do módulo de elasticidade, da dureza e da tenacidade à fratura serão apresentados e discutidos neste capítulo. As análises das trincas geradas durante penetrações com ponta canto de cubo foram avaliadas através de uma análise fractográfica, obtidas utilizando microscopia eletrônica de varredura da impressão deixada no material após a remoção da trinca.

4.1 Caracterização da Junção

A imagem obtida por microscopia do agente soldante, YBCO/Ag, e do YBCO utilizados no processamento de soldagem podem ser vistos na figura 4.1. A esquerda temos a imagem do YBCO/Ag onde os aglomerados de prata são os pontos claros da imagem. Na direita da figura temos o YBCO, que não contém prata na sua estrutura. A imagem da amostra após o processamento da solda pode ser vista na figura 4.2. A amostra possui aproximadamente 12 mm de diâmetro. A região soldada localizada no centro da amostra possui espessura de aproximadamente 0,5 mm.

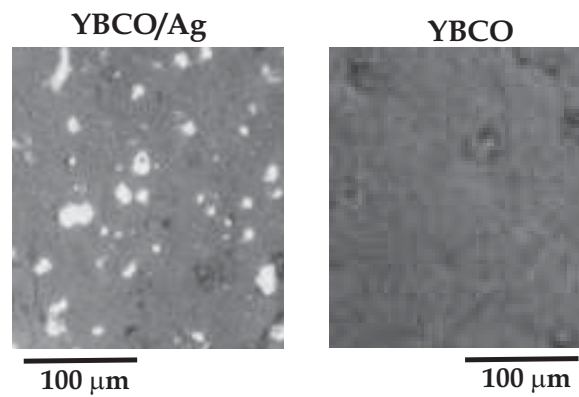


Figura 4.1: Imagem óptica das amostras do YBCO/Ag e do YBCO utilizados para o processamento da junção. O YBCO/Ag contém aglomerados de prata na sua estrutura, visíveis na imagem. O YBCO não possui prata na sua estrutura.



Figura 4.2: Imagem óptica da amostra soldada após o processo térmico. No centro é visível a região do agente soldante com cerca 0,5 mm.

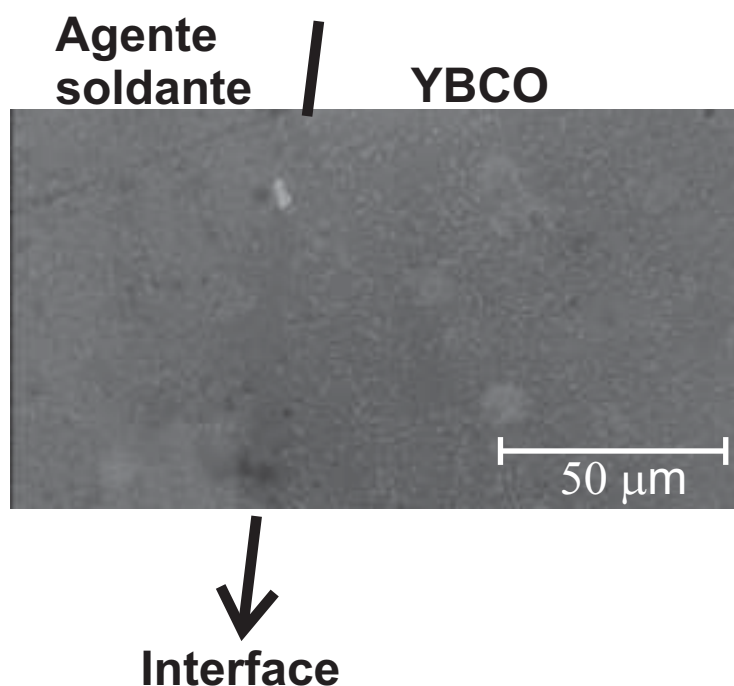


Figura 4.3: Imagem óptica obtida da região da solda. A interface é praticamente imperceptível. Na imagem, onde se observa a interface, temos à esquerda desta o agente soldante e à sua direita a peça soldada de YBCO.

A figura 4.3 apresenta a imagem da região da solda obtida por microscopia óptica, após o corte paralelo ao plano ab da amostra. A interface entre o agente soldante e a peça de YBCO está indicada por uma seta. Na região do agente soldante não foi observada a presença de aglomerados de prata. A prata contida no agente soldante, antes do processamento da junção difundiu ou migrou para outras regiões da amostra. A prata possui um alto coeficiente de difusão, fato que deve ter colaborado para a não permanência da prata na região da junção após o processamento da solda.

Para manter a prata na região do agente soldante, após o processamento da junção, a temperatura máxima do ciclo térmico deve possuir um valor no qual os grãos da prata permaneçam aprisionados na região da fase 123 do YBCO. O valor desta temperatura depende de muitos parâmetros, como por exemplo o tamanho das partículas de prata e o seu grau de pureza. Estudos mostram que o valor desta temperatura pode variar até 60°C[46] conforme as dimensões dos grãos de prata adicionados no YBCO. Nas amostras processadas para este trabalho, a temperatura máxima do ciclo de carregamento, que é a temperatura de fusão do YBCO/Ag não

foi determinada com exatidão. Devido a uma temperatura elevada pode ter acontecido que a prata difundisse ou migrasse com maior facilidade para outras regiões da amostra.

Considerando que amostras de YBCO dopadas com prata apresentam melhores valores de densidade de corrente, seria interessante manter a prata na região do agente soldante [47]. O decréscimo no valor da densidade de corrente devido à interface entre o YBCO e YBCO/Ag poderia ser compensado pela presença da prata na junção. Por outro lado, com a saída da prata da região soldada, a amostra apresentou maior homogeneidade, o que tem interesse para o estudo do comportamento das propriedades mecânicas da junção processada. Apesar do agente soldante conter prata na porcentagem de 15%, a região da junção acabou não mantendo a prata.

4.2 Propriedades Mecânicas

Os ensaios para a obtenção das propriedades mecânicas foram realizados por nanoindentação. A técnica foi descrita na seção 2.2.4. O módulo de elasticidade e a dureza foram obtidos utilizando um penetrador Berkovich e o método Oliver-Pharr[23, 26]. No cálculo do módulo de elasticidade do YBCO, é necessário conhecer o valor da razão de Poisson, ν , deste material. O valor de 0,18 foi empregado para a razão de Poisson, o qual foi obtido do trabalho de Lemmenes et al.[48].

A figura 4.4 apresenta um resultado experimental típico para a carga aplicada versus profundidade de penetração, para oito carregamentos na amostra de YBCO. Pode-se notar que as penetrações máximas são diferentes para dois testes. Foi verificado, num conjunto de dados de uma série de indentações, que valores da ordem de 1600 nm e de 1900 nm são predominantes. Esta predominância pode ser melhor observada na figura 4.5, onde é apresentada a distribuição das profundidades máximas de penetração para uma carga máxima de 400 mN. Isto indica que duas regiões com propriedades distintas foram indentadas. Imagens das indentações foram obtidas por microscopia eletrônica de varredura.

Pela análise microscópica das impressões plásticas, foi possível identificar que as indentações com profundidades de 1900 nm foram feitas nas partículas da fase 211 do YBCO (Y211). Quando a ponta atingiu uma partícula do Y211 a profundidade máxima atingida por ela foi de 1900 nm. Quando o penetrador atingiu o Y123 a profundidade máxima foi de 1600 nm.

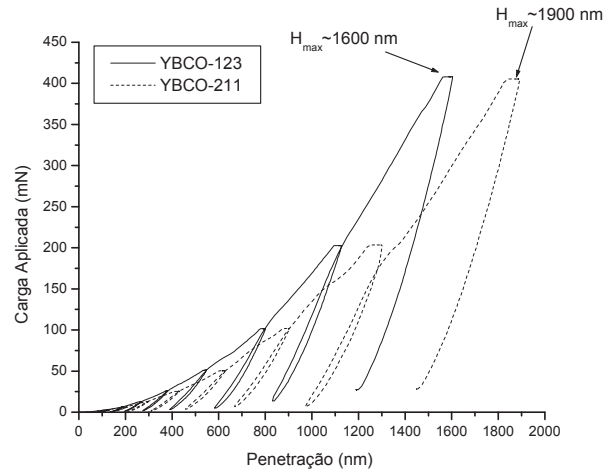


Figura 4.4: Diagrama típico da carga aplicada versus o deslocamento para diversas penetrações com 8 carregamentos no supercondutor do sistema YBCO. Os h_{max} 1600 nm e h_{max} 1900 nm são predominantes.

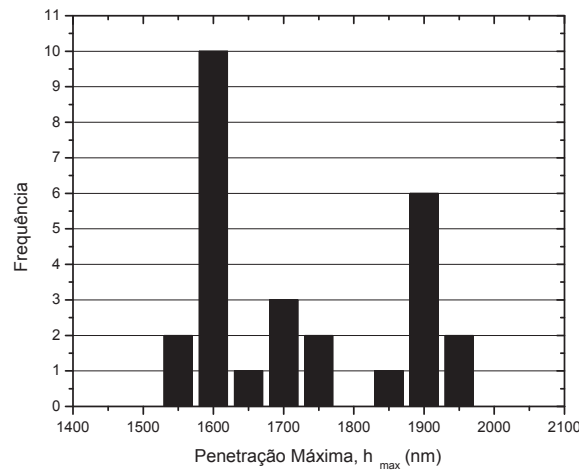


Figura 4.5: Frequência da profundidade de penetração da ponta Berkovich em uma amostra soldada de YBCO. Existe dois valores predominantes da profundidade máxima atingida pelo penetrador, h_{max} 1600 nm e h_{max} 1900 nm, os quais se referem as fases do Y123 e Y211 respectivamente.

Indentações que apresentaram profundidades intermediárias foram desprezados para o cálculo das propriedades mecânicas do YBCO. Neste caso regiões de interface entre o Y123 e o Y211 foram possivelmente indentadas. A possibilidade de se medir dureza de grãos individuais é uma das vantagens da nanoindentação.

Para a obtenção do módulo de elasticidade e da dureza nas fases amostras estudadas, foram utilizados apenas os testes nos quais foi possível a observação por microscopia de que as penetrações ocorriam no Y123. Neste caso não foram consideradas as penetrações que caíram nas partículas de Y211 ou regiões de interface. Os valores das propriedades mecânicas do Y211 foram determinados por medições em grãos individuais desta fase, identificadas pela análise da imagem fornecida pelo microscópio acoplado ao equipamento de nanoindentação.

Para o caso das amostras de YBCO contendo 15% de Ag na sua estrutura, foi tomado o cuidado para que as penetrações não fossem feitas sobre os grãos de Ag. Os testes que ocorreram numa região em que havia um grão de Ag foram desconsiderados do cálculo do módulo de elasticidade e da dureza do Y123. Quaisquer outros valores de penetração máxima que apresentaram diferença significativa em relação a média foram descartados usando critérios estatísticos.

4.2.1 Módulo de Elasticidade e Dureza do YBCO e YBCO/Ag antes da soldagem

O gráfico da figura 4.6 apresenta os valores do módulo de elasticidade do Y123 e do agente soldante, YBCO/Ag, utilizados no processamento da junção. O valor do módulo de elasticidade é similar em ambas as amostras, não ocorrendo uma grande diferença entre o módulo do YBCO e da região do Y123 na amostra contendo 15% de Ag (YBCO/Ag) na sua estrutura. O valor do módulo de elasticidade do Y123 e YBCO/Ag para as maiores profundidades é de aproximadamente 185 GPa no plano ab. O valor obtido por Reddy e colaboradores[40] para o módulo de elasticidade determinado em amostras texturizadas pela técnica de ultrason é de 95 GPa. Deve-se levar em consideração nesse caso, que o valor do módulo obtido pela técnica de ultrason não leva em consideração somente uma fase do material constituinte, mas sim a amostra como um todo. As medidas obtidas por ultrason na amostras texturizadas, considera no resultado final do módulo, a influência de todas as partículas, buracos e impurezas e diferentes fases contidos na amostra. Quando se usa a técnica de nanoindentação, é possível a seleção de uma pequena

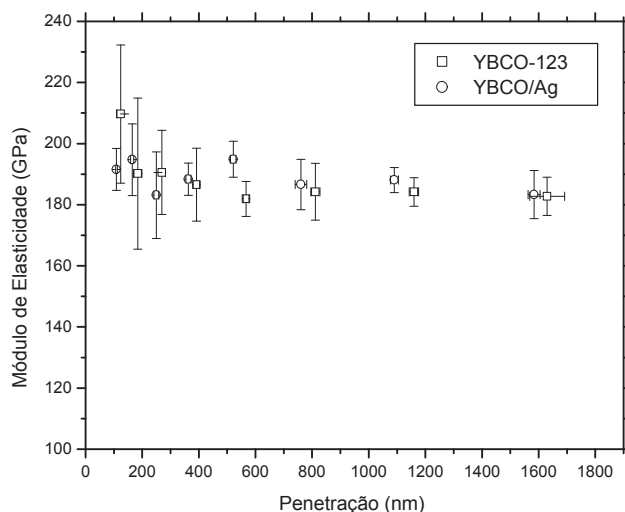


Figura 4.6: Diagrama do módulo de elasticidade em função do deslocamento para amostras de YBCO e duas amostras de YBCO com Ag (YBCO/Ag). O desvio padrão experimental está representado pelas barras de erro.

região da amostra a ser analisada. Devido a indentação ocorrer em grãos individuais a melhor comparação para os valores encontrados neste trabalho, deve ser feito com medidas efetuadas numa amostra monocristalina do Y123. Para a estrutura texturizada obtida pela técnica de TSMG a amostra possui grãos altamente alinhados do Y123 sendo posicionados um sobre o outro ao longo do eixo c, de forma semelhante a uma estrutura lamelar. O valor do módulo de elasticidade encontrado para o monocristal de Y123 utilizando a técnica de ultrassom é de 220 ± 20 GPa[38]. Utilizando a técnica de nanoindentação, Goyal et al.[38] encontraram um valor de 182 ± 4 GPa para amostras texturizadas do Y123. Portanto, os valores encontrados em nossos ensaios são semelhantes aos existentes na literatura.

Os valor da dureza das amostras de Y123 e YBCO/Ag são apresentados na figura 4.7. Tanto para o Y123 como para o YBCO/Ag a dureza possui maior valor para pequenas penetrações. Isto pode ser explicado devido a um endurecimento causado pelo polimento das amostras antes da realização dos testes de nanoindentação. De maneira geral, amostras de qualquer material quando são polidas tem a dureza aumentada na superfície devido a presença de defeitos induzidos pelo polimento[21]. Para aliviar as tensões geradas pelo polimento

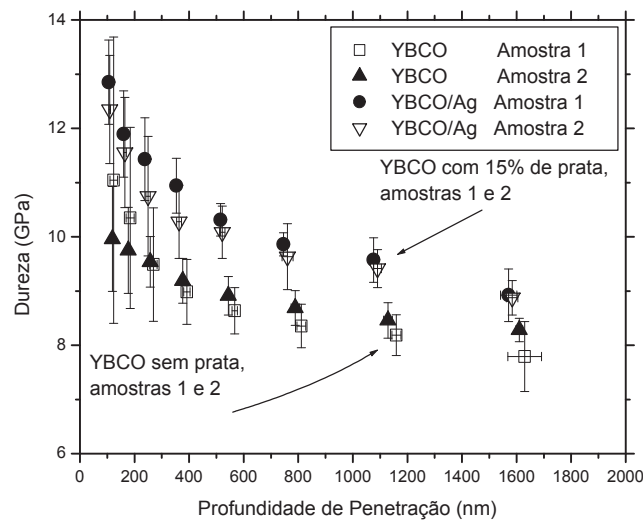


Figura 4.7: Valores da dureza em função do deslocamento do penetrador para duas amostras de YBCO e duas amostras de YBCO com Ag (YBCO/Ag). O desvio padrão da média é representado pelas barras de erro.

submetendo-se as amostras a um tratamento térmico. Porém o tratamento térmico após o polimento não foi realizado nas amostras do sistema YBCO para que não houvesse perda de oxigênio da sua estrutura.

As regiões do Y123 das amostras de YBCO/Ag apresentaram maior valor de dureza em relação amostras de YBCO (amostras que não continham prata), porém a discrepância dos valores não é alta. As amostras de YBCO/Ag apresentaram valores médios de dureza em torno de 9,5 GPa para as maiores profundidades. O valor médio da dureza obtido para o YBCO foi de aproximadamente 8,5 GPa nas regiões mais internas do material. Estes valores de dureza estão na mesma faixa dos encontrados na literatura [37, 38, 39, 41, 42].

Os resultados, apresentados na figura 4.7 para duas amostras diferentes do YBCO e YBCO/Ag, aparentemente indicam que existem algumas diferenças de dureza. Porém estatisticamente podemos dizer, após aplicarmos o teste-T para duas médias[44], que não existam diferenças significativas no valor da dureza para os estes resultados.

Aqui cabe ressaltar que os valores do módulo de elasticidade e os da dureza, nas amostras do sistema YBCO, podem ser influenciados por vários fatores como a adição de dopantes, taxa na qual a amostra foi resfriada quando há presença de dopantes, a quantidade de poros dentre outros. A presença de poros e outras partículas modificam tanto a dureza como o módulo de elasticidade. A taxa de variação da temperatura com que o material é resfriado também influencia os resultados, principalmente quando existem outras partículas presentes na matriz do material[27]. A presença do Y211 e a quantidade de poros na amostra é de difícil controle, pois podem ocorrer pequenas variações nas taxas de resfriamento no ciclo térmico de um processamento para outro. Isto faz com que não seja possível processar duas amostras de YBCO de forma completamente idêntica. Assim, as propriedades mecânicas de amostras do sistema YBCO devem estar associadas às diferenças no seu processamento. Devido a isto sempre ocorrerão variações das propriedades mecânicas em amostras processadas de forma semelhante porém não idêntica. Os resultados de microscopia não indicaram a presença de poros em quantidade significativa.

4.2.2 Módulo de Elasticidade e Dureza da fase 211 do YBCO

O módulo de elasticidade da fase 211, foi obtido através de medidas individuais dos grãos visíveis pelo microscópio óptico do equipamento de nanoindentação. A figura 4.8 apresenta o valor do módulo de elasticidade e a figura 4.9 o valor da dureza do Y211 comparando com os valores do Y123. O módulo de elasticidade para os grãos Y211 é de aproximadamente de 150 GPa, sendo cerca de 18% menor que o obtido para o Y123. O valor da dureza do Y211 é 5,5 GPa e para o Y123 é de 8,5 GPa, nos valores obtidos para as maiores penetrações da ponta. Goyal et al.[37], utilizando nanoindentação, obtiveram os valores do módulo de elasticidade mais elevados para a fase 211 do que para a fase 123 (Y123). As possíveis explicações para a discrepância entre os valores da literatura e os obtidos neste trabalho são:

- Neste trabalho os ensaios de penetração em cargas elevadas ocasionaram a nucleação de trincas, o que pode ter gerado uma alteração dos resultados do módulo de elasticidade e da dureza devido a alteração no valor da profundidade de penetração máxima atingida pela ponta;
- As técnicas de processamento foram diferentes neste trabalho das empregadas por Goyal et al.[37]. As amostras usadas neste trabalho foram processadas por TSMG e as utilizadas por Goyal foram crescidas por MTG.
- Diferença na orientação dos grãos do Y211 entre as amostras deste trabalho e as amostras estudadas por Goyal et al.[37], sendo praticamente impossível determinar a orientação dos grãos do Y211 contidos na matriz do Y123;

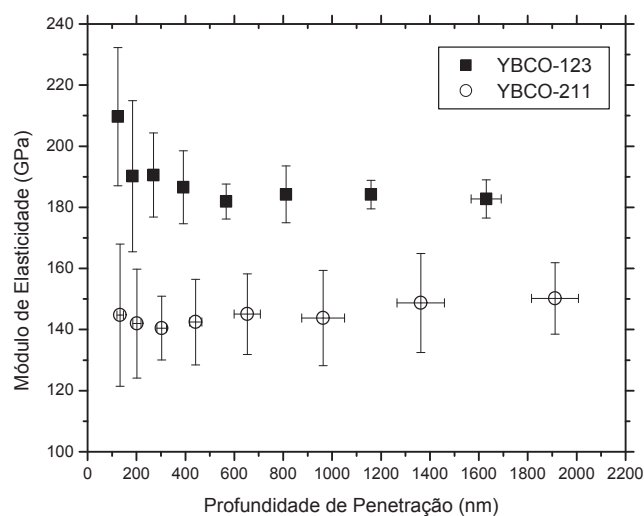


Figura 4.8: Módulo de elasticidade de grãos individuais da fase 211 do YBCO contidos na matriz do YBCO-123 e módulo de elasticidade na matriz de YBCO-123.

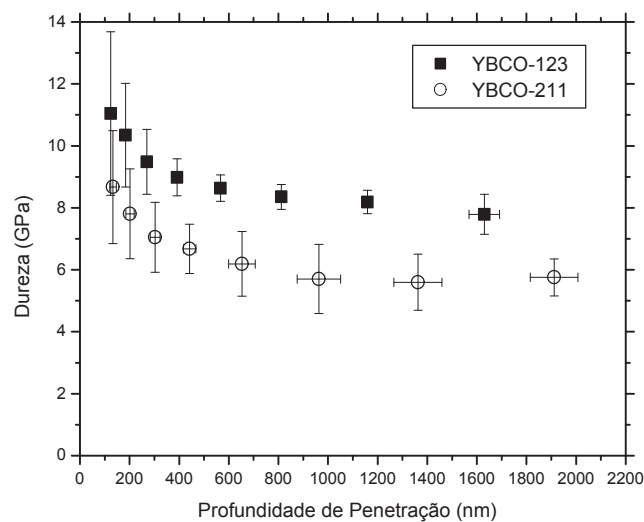


Figura 4.9: Dureza de grãos individuais do YBCO-211 contidos na matriz do YBCO-123 e medida de dureza obtida na matriz do YBCO-123.

4.2.3 Módulo de Elasticidade e Dureza da Amostra Soldada

Foram medidos o módulo de elasticidade e a dureza da superfície de duas amostras soldadas denominadas amostra A e amostra B. Essas amostras foram processadas de maneira semelhante, porém independentemente. Para cada um dos testes realizados foram aplicados 8 ciclos de carregamento na mesma posição para avaliar a variação das propriedades mecânicas com a profundidade. Na amostra A, as cargas de penetração variaram de 3 mN até 400 mN. Na amostra B, as cargas de penetração aplicadas foram de 1,5 mN até 200 mN. Os testes foram realizados em três regiões, sendo denominadas de Região 1, Região 2 e Região 3. A Região 1 corresponde à região da junção, a qual é constituída pelo agente soldante após a solda. A Região 2 constitui uma região próxima à interface entre a junção e a peça de YBCO soldada. A região 3, é uma região afastada da junção. Na Amostra B os testes da Região 3 foram realizados numa região muito próxima da borda.

A figura 4.10 apresenta a variação do módulo de elasticidade em função da penetração da ponta para a amostra A. Os valores da dureza da Amostra A, estão no gráfico da figura 4.11. A tabela 4.1 mostra os valores médios do módulo de elasticidade e da dureza, obtidos nas três regiões da Amostra A e para Amostra B.

Comparando o módulo de elasticidade da amostra soldada com os das peças de YBCO e do YBCO/Ag antes de serem submetidos a soldagem, foi verificado que a amostra soldada possui módulo de elasticidade um pouco maior do que antes de ser soldada. A causa deste aumento pode ser atribuída ao diferente ciclo térmico em que a amostra foi submetida durante o processamento da solda. Todavia isto é um bom indicativo que a presença da junção não provoca uma alteração significativa no valor do módulo de elasticidade do YBCO, utilizando este processamento.

Os valores da dureza, obtido nas três regiões da junção da Amostra A, são mostrados na figura 4.11. Utilizando o teste-T[44] verificou-se que os resultados não apresentaram variações significativas dos valores obtidos nas três regiões da superfície da amostra. Os valores também são similares aos resultados obtidos nas amostras do YBCO e YBCO/Ag antes do processamento da junção. Isto confirma o fato do processamento da junção produzir amostras que tem propriedades mecânicas semelhantes em todas as regiões.

Por microscopia verificou-se que as bordas das amostras do sistema YBCO texturizadas são ricas em partículas de Y211. Com o objetivo de identificar a influência do Y211 nas propriedades mecânicas da amostra do YBCO soldada, foram realizadas medições na borda da

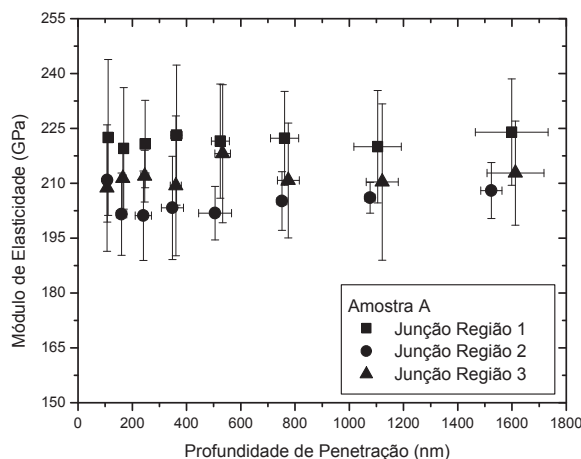


Figura 4.10: Módulo de elasticidade em três regiões da junção do YBCO na Amostra A. A região 1 corresponde a região do agente soldante; a região 2 está próxima a interface do agente soldante e da peça soldada; e a região 3 é a mais afastada da interface. As cargas utilizadas variaram de 3 a 400 mN.

Amostra B. Esta expulsão da fase 211 para as bordas foi relatada na literatura que descreve o processo de crescimento do YBCO texturizado[10].

A figura 4.12 apresenta valores da dureza e do módulo de elasticidade para a Amostra B, na qual foram realizados testes com 8 carregamentos com a carga máxima aplicada de 200 mN. Os valores médios do módulo de elasticidade e da dureza estão na tabela 4.1. Nessa amostra o módulo de elasticidade e a dureza possuem valores menores para a região 3, rica em partículas de Y211 em relação as outras regiões da superfície da amostra. Os valores das propriedades mecânicas na região 3 mostrados na figura 4.12 são compatíveis com os valores do módulo de elasticidade e dureza encontrados para as partículas isoladas de Y211 mostradas nas figuras 4.8 e 4.9. Este resultado, indica que nessa região de borda da amostra os valores das propriedades mecânicas do sistema YBCO texturizado são menores devido a existência de aglomerados de partículas da fase 211 do YBCO. A imagem de uma indentação realizada na região 3 pode ser vista na figura 4.13. Quando existe uma grande concentração de grãos da fase 211 as indentações apresentam trincas laterais, radiais e delaminação.

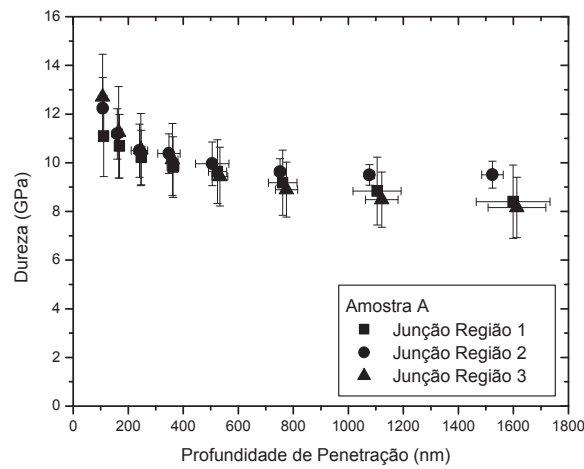


Figura 4.11: Dureza em três regiões na superfície da junção do YBCO obtidos na Amostra A. A região 1 corresponde a região do agente soldante; a região 2 está próxima a interface do agente soldante e da peça soldada; e a região 3 é a mais afastada da interface. Testes realizados com cargas variando de 3 a 400 mN.

		E (GPa)	H (GPa)
Amostra A	Região 1	221 ± 15	$9,7 \pm 2$
	Região 2	205 ± 9	$9,0 \pm 2$
	Região 3	211 ± 15	$9,0 \pm 2$
Amostra B	Região 1	203 ± 23	$11,0 \pm 2$
	Região 2	210 ± 14	$11,0 \pm 1$
	Região 3	162 ± 10	$6,0 \pm 2$

Tabela 4.1: Módulo de elasticidade e dureza para as três regiões do YBCO soldado. Dados obtidos para Amostra A e para Amostra B.

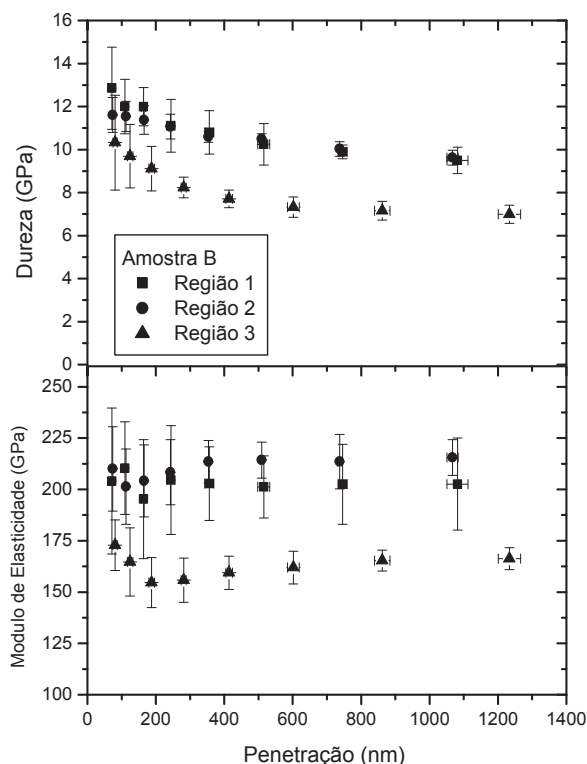


Figura 4.12: Dureza e módulo de elasticidade em três regiões na superfície da Amostra B da junção de YBCO. A carga máxima aplicada em 8 carregamentos foi de 1,5 mN a 200 mN. Na região 3, as penetrações foram realizadas muito próximas a borda da amostra B com alta concentração de Y211.

Os resultados obtidos indicam que o processamento da soldagem de peças de YBCO utilizando como agente soldante o YBCO/Ag não afeta significativamente os valores do módulo de elasticidade e da dureza na região da solda. Porém, a grande quantidade de partículas de Y211 presente nas bordas da amostra leva a uma alteração na dureza e no módulo de elasticidade nessa região. Assim a região das bordas das amostras deve ser utilizada com cuidado devido a tendência de maior probabilidade de fratura, menor dureza e menor módulo de elasticidade.

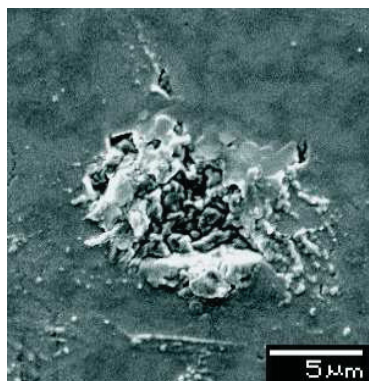


Figura 4.13: Imagem de uma indentação da região 3, realizada na borda de uma amostra da junção de YBCO. As partículas do Y211 estão ao redor e no centro da impressão plástica deixada pelo penetrador. Pode-se notar que a impressão não é bem definida devido a presença de trincas e lascamento.

4.2.4 Análise Fractográfica de Fratura Induzida por Penetração com Ponta Canto de Cubo

Como mencionado anteriormente a realização de testes de penetração no YBCO levou à formação de trincas na superfície. Essas trincas, na maioria dos casos, foram radiais e laterais. Trincas produzidas por pontas Berkovich e canto de cubo foram analisadas neste trabalho. As curvas típicas de carga contra penetração para as pontas Berkovich e canto de cubo na superfície do YBCO são mostradas na figura 4.14 para uma carga aplicada de 400 mN. Pode ser visto que a penetração é maior no caso da ponta canto de cubo pelo fato de ser mais aguda. Todavia as áreas da impressão deixadas na superfície da amostra após o descarregamento são similares para a mesma carga, pois a dureza é constante. Um exemplo da impressão deixada pelos penetradores Berkovich e canto de cubo são mostradas nas imagens da figura 4.15. Pequenas trincas radiais podem ser observadas a partir dos cantos da impressão do penetrador Berkovich. Trincas radiais com comprimentos maiores são observadas saindo dos cantos da impressão plástica formada pelo penetrador canto de cubo. Isto ocorre para as impressões feitas com penetrador canto de cubo pois o limiar da carga necessária para nuclear trincas radiais é menor para o penetrador canto de cubo, devido a maior concentração das tensões na região do material.

A figura 4.16 (b) mostra imagem da superfície do YBCO/Ag após o ensaio de penetração com ponta canto de cubo. A carga de 200 mN referente ao gráfico da carga aplicada contra o deslocamento do penetrador na superfície da amostra é mostrado na figura 4.16 (a). A curva apresenta uma descontinuidade no carregamento quando a carga aplicada é de aproximadamente 130 mN. Esta descontinuidade é atribuída às delaminações ocasionadas pelas trincas laterais. Estas descontinuidades não aparecem nas curvas das penetrações quando são observadas apenas trincas radiais, conforme pode ser visto pelas imagens em (c) e (d) na figura 4.16. Segundo um estudo realizado por Cook e Pharr[31], a formação de trincas laterais durante o carregamento é observada em materiais cristalinos, onde a formação das trincas laterais pode causar uma remoção de material nas bordas da impressão. Pharr[33] observou que utilizando o penetrador canto de cubo em materiais frágeis usualmente ocorre o aparecimento de trincas laterais com cargas aplicadas superiores a 100 mN. Em nosso trabalho, as trincas laterais surgem com maior frequência acima da carga aplicada de 100 mN, como pode ser observado no gráfico da figura 4.16.

Pela análise das imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura foi observado que para cargas acima de 100 mN usando penetrador canto de cubo, sempre foram observadas trincas laterais ao redor da impressão. Nas amostras do YBCO e YBCO/Ag utilizadas para o processamento da junção, e na amostra já soldada ocorreram trincas radiais com cargas acima de 100 mN. Também ocorreu remoção de material em torno de parte das impressões feitas com o penetrador canto de cubo. Porém as remoções ocorriam com maior frequência, e tinham maiores dimensões, nas cargas superiores a 200 mN.

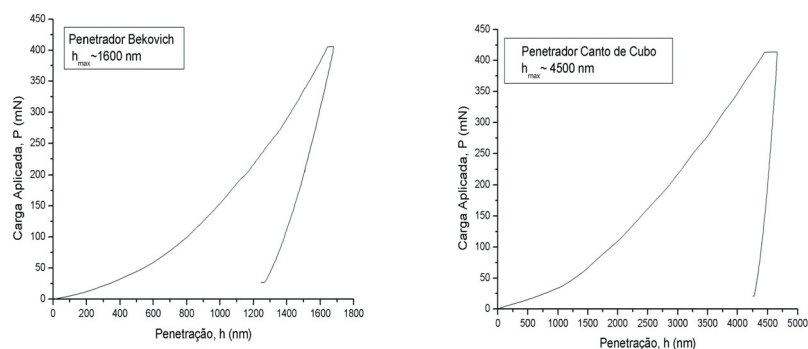
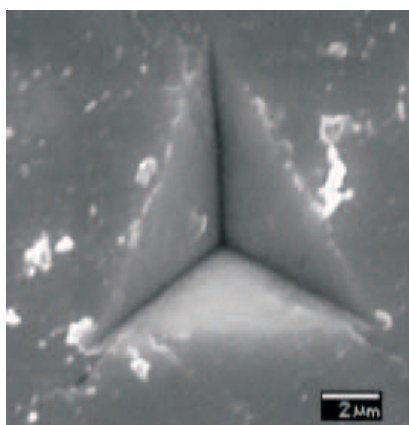
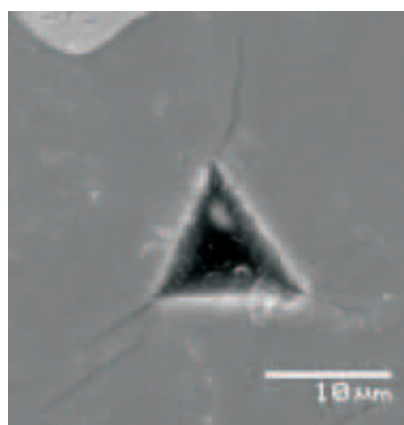


Figura 4.14: Curvas da carga aplicada contra a penetração para ponta Berkovich e Canto de Cubo na junção de YBCO. A profundidade máxima da ponta Canto de Cubo é de aproximadamente 4500 nm enquanto a da Berkovich é 1600 nm. A área da impressão residual deixada na superfície do material é praticamente idêntica para os dois penetradores.



(a) Berkovich



(b) Canto de Cubo

Figura 4.15: Imagens obtidas por MEV da impressão plástica deixadas no YBCO pelos penetradores: (a) Berkovich e (b) Canto de cubo.

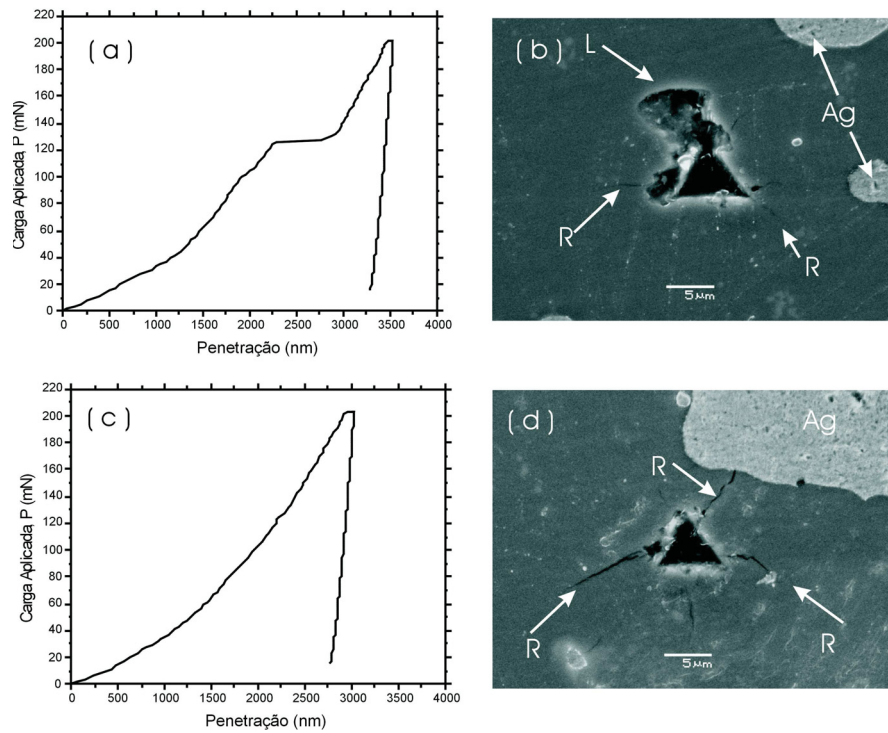


Figura 4.16: (a) Carga aplicada em função da penetração para uma amostra de YBCO/Ag. Observa-se uma descontinuidade para a carga de 130 mN, que deve estar relacionada com a formação da trinca lateral indicada na figura ao lado. (b) Microscopia eletrônica de varredura da superfície do YBCO/Ag mostrando trincas produzidas por penetração canto de cubo com carga aplicada de 200 mN. (c) Carga aplicada contra o deslocamento do penetrador da imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura da superfície do YBCO/Ag mostrada em d. Carga aplicada 200 mN. Não há descontinuidade na curva. (d) Trincas laterais não são visíveis. R indica trinca radial e L indica trinca lateral.

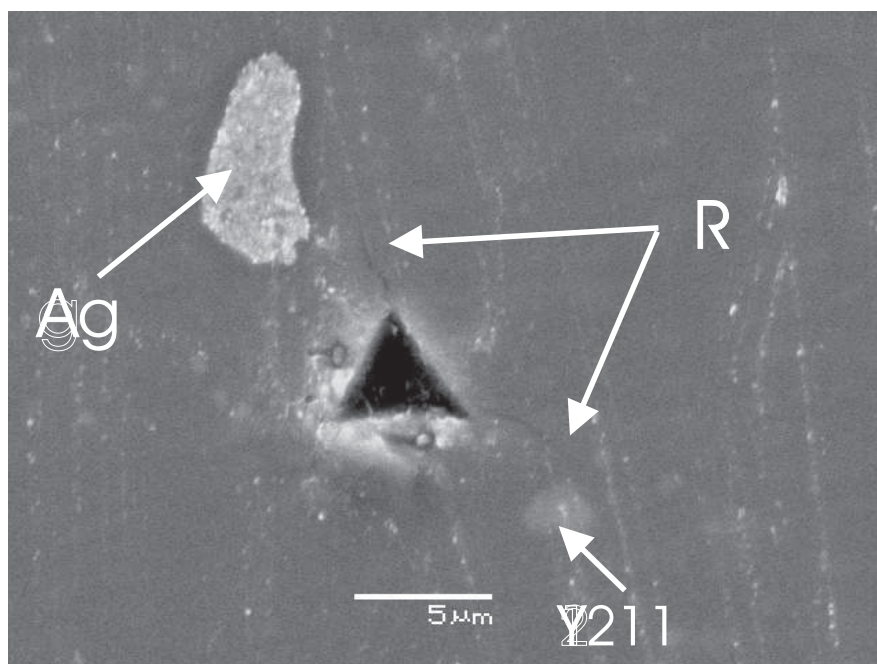


Figura 4.17: Imagem da impressão deixada pelo penetrador canto de cubo no YBCO/Ag obtida por MEV com carga aplicada de 100 mN. R indica trinca radial.

A figura 4.17 mostra a imagem, obtida por microscopia eletrônica de varredura, da impressão plástica causada pelo penetrador canto de cubo no YBCO/Ag. A carga aplicada no penetrador foi 100 mN. São visíveis trincas radiais, R, existentes em torno da impressão do penetrador; riscos causados provavelmente durante o polimento da amostra; um grão de prata, Ag, na parte superior da imagem e uma partícula de Y211 com aproximadamente $2\text{ }\mu\text{m}$ de diâmetro na parte inferior da imagem.

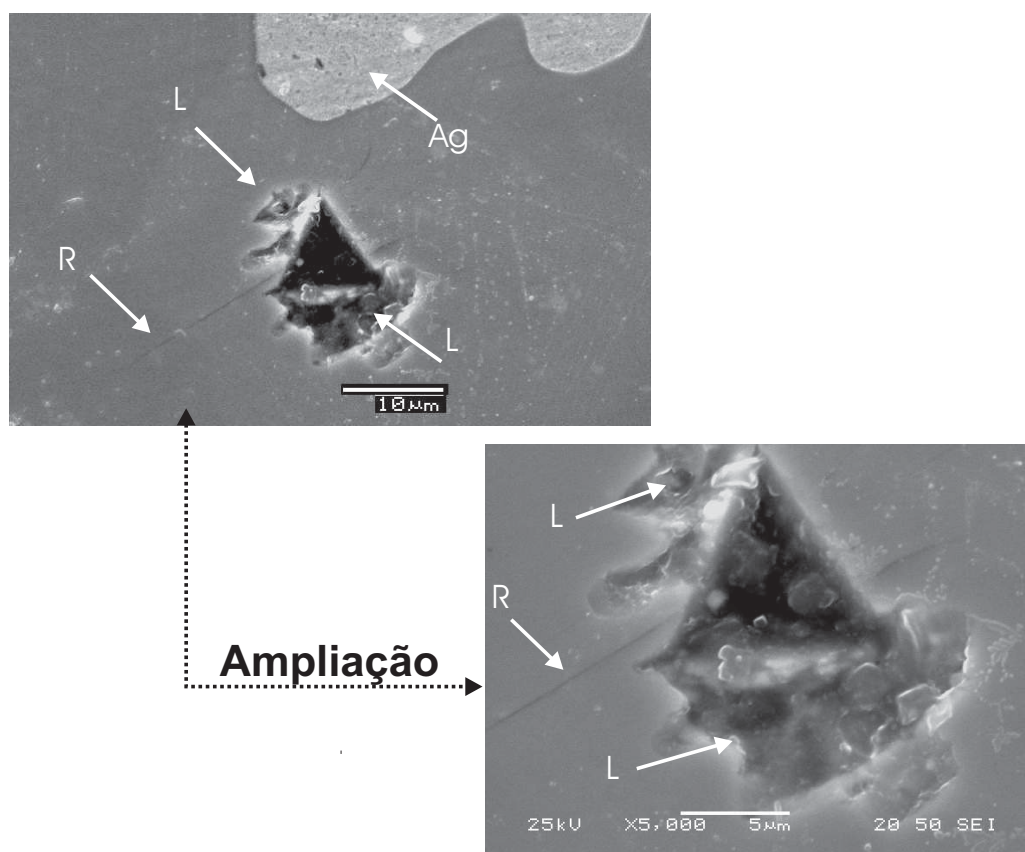


Figura 4.18: Microscopia eletrônica de varredura mostrando a impressão deixada pelo penetrador canto de cubo no YBCO/Ag. Para carga Aplicada de 300 mN. R indica trinca radial e L indica trinca lateral.

A figura 4.18 mostra fotografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura da impressão plástica na superfície do YBCO/Ag causada pelo penetrador canto de cubo quando foi aplicada uma carga de 300 mN. Nesse caso nenhuma partícula do Y211 e nem poros foram observados nas imagens. São visíveis trincas laterais e radiais. Verifica-se uma deformação gerada pela delaminação possivelmente originada de uma trinca lateral.

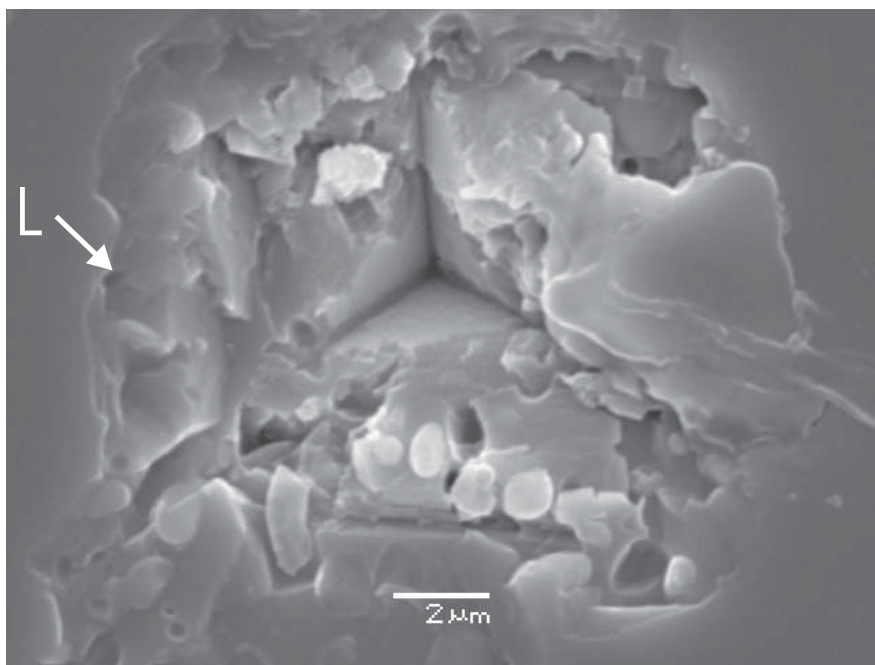


Figura 4.19: Microscopia eletrônica de varredura mostrando a impressão plástica deixada pelo penetrador na Região 2 da superfície da amostra soldada para carga de 300 mN. L indica trinca lateral.

A impressão plástica, na superfície do YBCO, deixada pelo penetrador canto de cubo quando foi aplicado uma carga de 300 mN é mostrada na figura 4.19. Regiões da amostra que contém aglomerados das partículas de Y211 são mais frágeis que outras regiões da matriz. Uma das possíveis causas dessa fragilidade é a existência de um campo de tensões residual ao redor das partículas de Y211. Esse campo de tensões, entorno da partícula de Y211, surgiu durante o resfriamento da amostra. Ele surge por causa dos diferentes coeficientes de expansão térmica entre as partículas do Y211 e a matriz de Y123. Tais campos de tensões são comuns em amostras que contém precipitados em sua matriz[27].

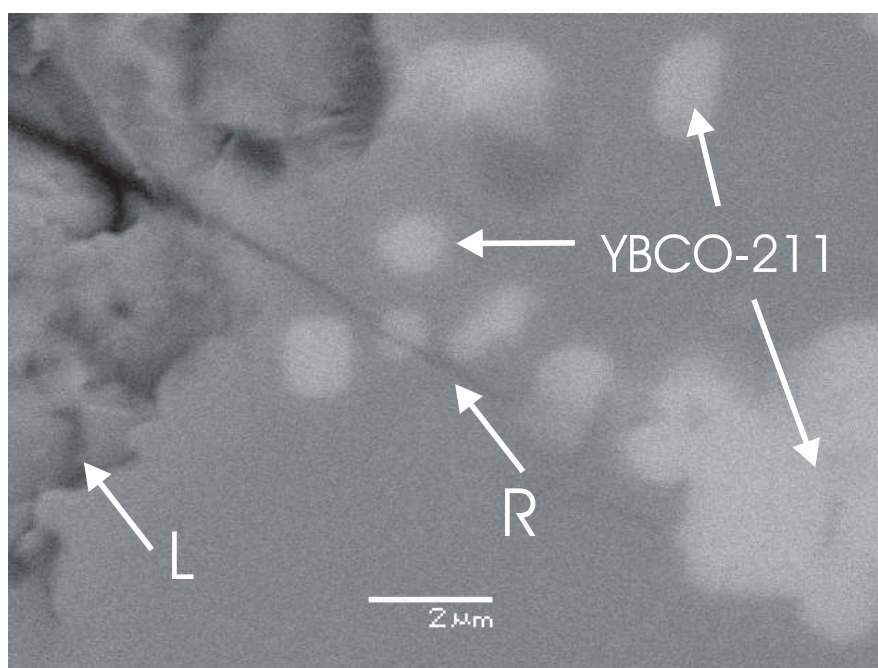


Figura 4.20: Detalhe de uma impressão deixada no YBCO por um penetrador canto de cubo quando aplicado 300 mN. R indica trinca radial e L indica trinca lateral.

A figura 4.20 foi obtida por microscopia eletrônica dos elétrons retroespalhados e mostra um detalhe da impressão deixada no YCBO pelo penetrador canto de cubo. Este tipo de imagem é formada pelos elétrons que são espalhados da região mais interna da amostra, possuem maior profundidade de campo e apresentam maior distinção das fases presentes no material. Pela imagem da figura 4.20 vemos que a trinca radial, R, se propaga a partir do canto do indentador e avança pelo interior da partícula do Y211, continuou a se propagar após atravessá-la. Isto ocorre quando o modo de propagação da trinca possui uma energia suficiente para romper a ligação de grão entre o Y211 e a matriz do Y123. Caso a interface do contorno de grão tivesse baixa energia, a propagação da trinca ocorreria ao redor do contorno de grão do Y211.

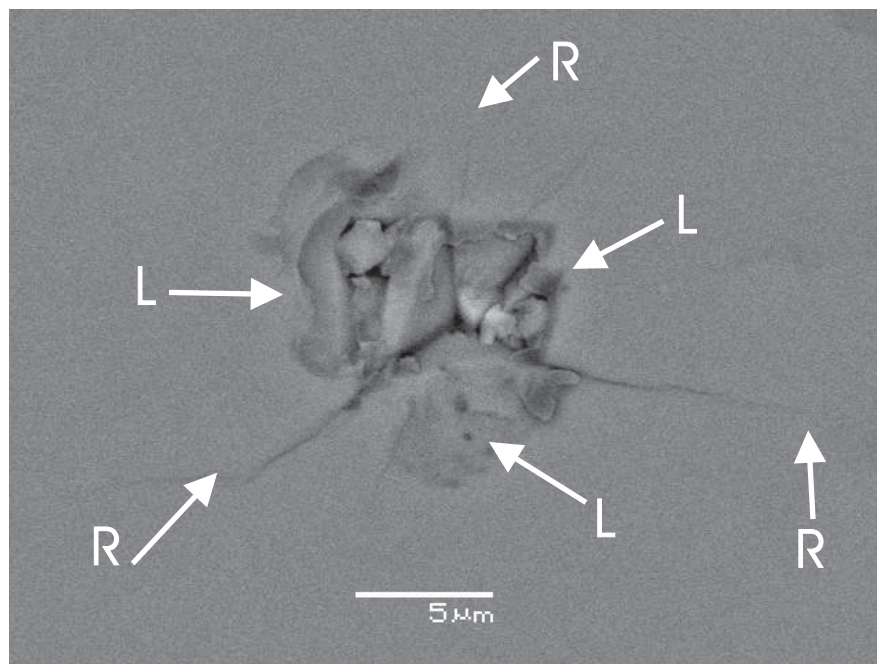


Figura 4.21: Superfície da Região 1 da amostra soldada onde foi realizada uma penetração utilizando ponta canto de cubo aplicando uma carga de 200 mN. Imagem obtida por MEV em elétrons retroespalhados. R indica trinca radial e L indica trinca lateral.

A figura 4.21 apresenta uma imagem da deformação plástica causada pelo penetrador canto de cubo na Região 1 da amostra soldada. A carga aplicada foi de 200 mN. São visíveis trincas radiais e laterais. Não foi observada a presença de Y211 próximos a impressão deixada pelo penetrador.

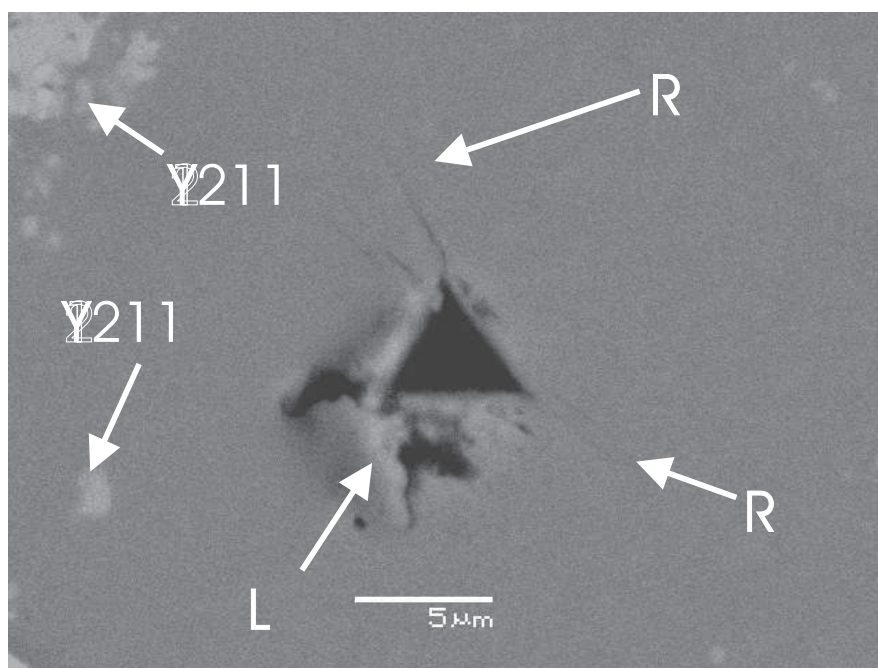


Figura 4.22: Impressão plástica do penetrador canto de cubo na Região 2 da peça soldada. Carga aplicada 100 mN. Imagem obtida por MEV. R indica trinca radial e L indica trinca lateral.

A impressão plástica do penetrador canto de cubo deixada na superfície da Região 2 após a remoção do penetrador pode ser vista na figura 4.22. A carga aplicada foi de 100 mN. É visível a presença das trincas radiais e da trinca lateral. No canto superior direito há uma aglomeração de precipitados da fase 211. A imagem foi obtida por microscopia eletrônica de varredura utilizando elétrons retroespalhados.

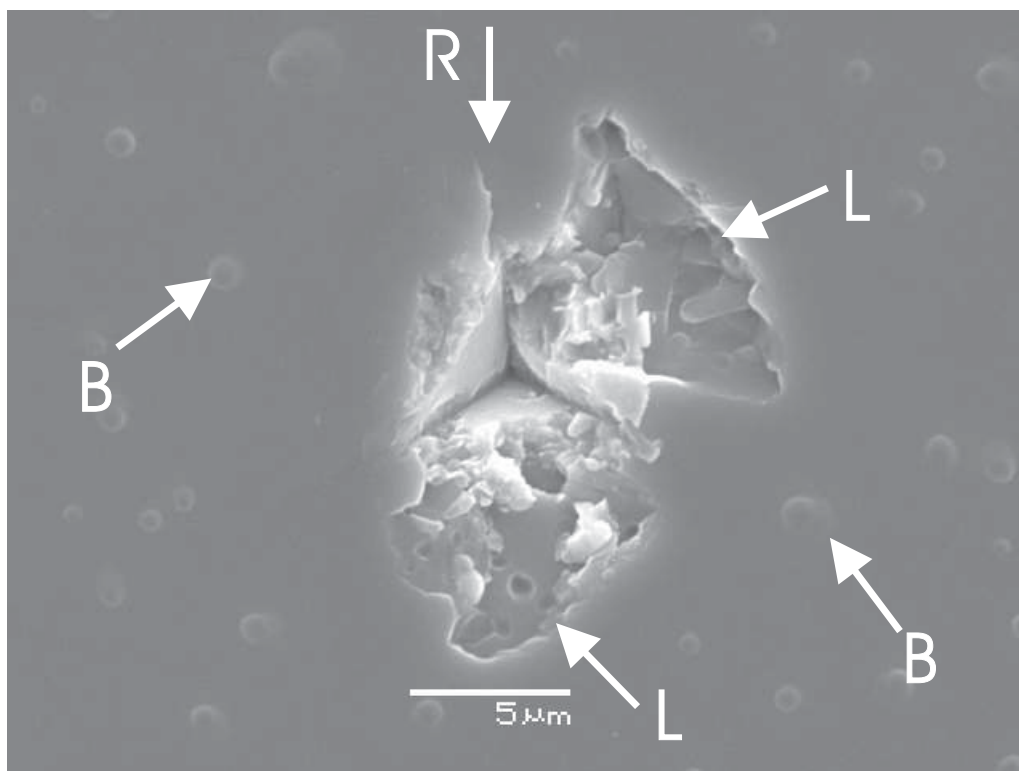


Figura 4.23: Impressões do penetrador canto de cubo na Região 2 da amostra soldada. Carga aplicada de 200 mN. R indica trinca radial, L indica trinca lateral e B indica bolhas do filme ouro depositado na superfície da amostra para a obtenção da imagem por MEV.

A figura 4.23 mostra a imagem deixada pelo penetrador canto de cubo na Região 2 do YBCO soldado. A carga aplicada foi de 200 mN. Para que as impressões causadas pelo penetrador na superfície das amostras do YBCO pudessem ser observadas utilizando a técnica de microscopia eletrônica de varredura foi necessário fazer um recobrimento com material condutor nas amostras. Neste trabalho foi utilizado o ouro para o recobrimento. Em algumas regiões da amostra, a falta de adesão do filme de ouro utilizado no recobrimento causou bolhas na superfície. As bolhas estão indicadas na figura 4.23 pela letra B.

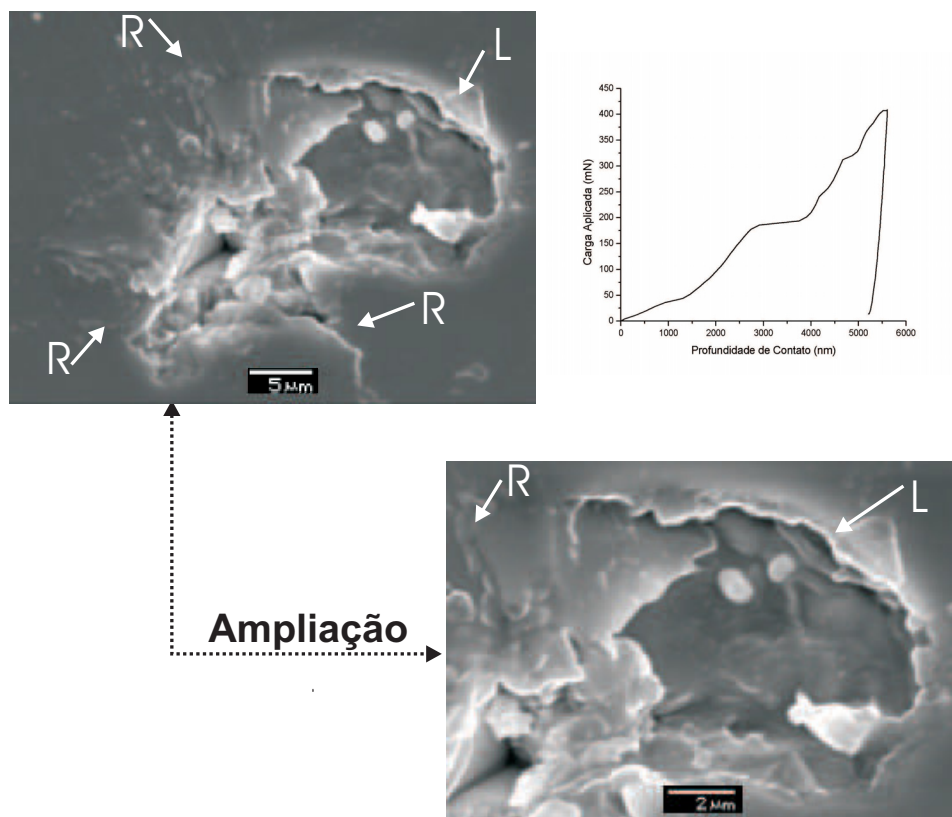


Figura 4.24: Impressões do penetrador canto de cubo na Região 3 da amostra soldada. Carga aplicada de 400 mN. O gráfico da carga aplicada versus a profundidade de penetração está ao lado das imagens da impressão. R-trinca radial e L-trinca lateral.

Uma carga de 400 mN causa a nucleação de trincas laterais de grandes dimensões dificultando a visualização das trincas radiais, como pode ser observado nas imagens da figura 4.24. Para o cálculo do valor da tenacidade à fratura é necessário se ter um número suficiente de dados para uma boa estatística. Se for utilizada uma carga de 400 mN com penetrador canto de cubo será necessária a realização de muitos testes para uma estatística razoável. Em média, neste trabalho, das 150 penetrações realizadas usando 400 mN de carga, apenas em 16% delas foi possível medir o comprimento das trincas radiais de forma adequada. Nas imagens mostradas na figura 4.24 não foram observados poros ou a presença do Y211. O gráfico da carga aplicada versus a profundidade de penetração está ao lado das imagens da penetração. É possível verificar os vários degraus na curva de carregamento, relacionado com o surgimento de trincas laterais.

4.2.5 Tenacidade à Fratura

A tenacidade à fratura do YBCO, do YBCO/Ag e das três regiões da amostra soldada, foi determinada a partir do comprimento das trincas radiais geradas durante o ensaio de nanoin-dentação com penetrador canto de cubo. O comprimento das trincas radiais foi determinado analisando imagens das penetrações, obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). O valor da tenacidade foi determinada pela equação 2.24,

$$K_{IC} = \alpha \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}}$$

onde P é a carga aplicada e c o comprimento da trinca radial e α é um parâmetro que está ligado à geometria do penetrador. Para o penetrador canto de cubo o valor do coeficiente α vale $0,036 \pm 0,014$ [33].

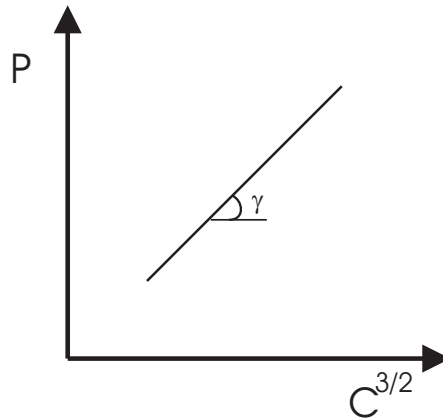


Figura 4.25: Gráfico esquemático mostrando a relação linear da carga aplicada em função da raiz cúbica do comprimento da trinca radial, $c^{3/2}$.

Pela equação da tenacidade à fratura tem-se uma relação linear entre a carga aplicada, P , e a raiz cúbica do comprimento da trinca radial, $c^{3/2}$. Construindo um gráfico, conforme o esquematizado na figura 4.25, teremos a relação entre a tenacidade à fratura, K_{IC} , e o coeficiente angular da reta ($\tan \gamma$). Conhecendo o valor da carga aplicada, do comprimento da trinca radial, do módulo de elasticidade e da dureza, a tenacidade à fratura pode ser determinada pela relação:

$$K_{IC} = \alpha \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \tan \gamma \quad (4.1)$$

A figura 4.26 mostra o gráfico da carga aplicada, P , versus a raiz cúbica do comprimento da trinca radial, $c^{3/2}$, para o YBCO e YBCO/Ag. No gráfico o ponto correspondente a carga aplicada de 300 mN para o YBCO ocorre quando o comprimento da trinca é aproximadamente $3,5 \times 10^{-8} m^{3/2}$. Observando o gráfico na figura 4.27, o qual apresenta a carga aplicada versus o comprimento da trinca para as três regiões da junção (onde não foi observado a presença de

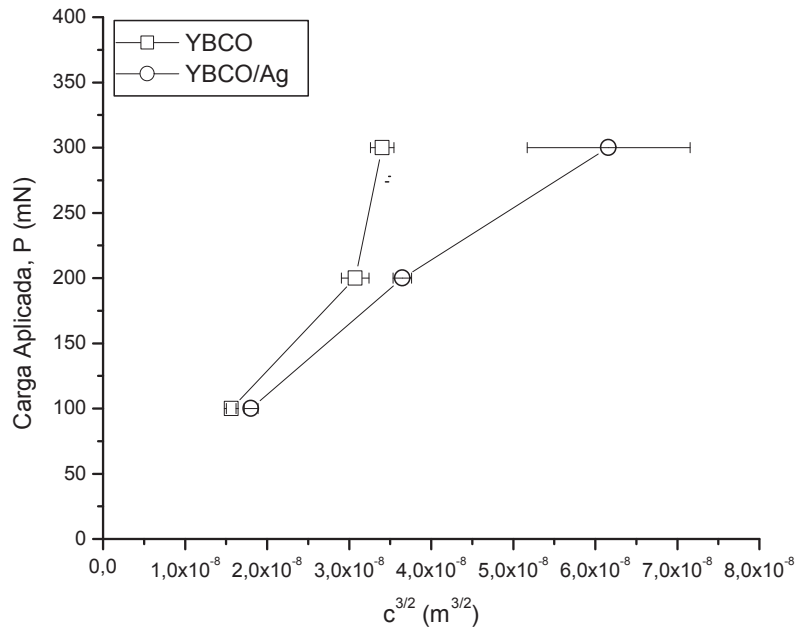


Figura 4.26: Gráfico da carga aplicada em função da raiz cúbica do comprimento da trinca radial, $c^{3/2}$ para o YBCO e YBCO/Ag.

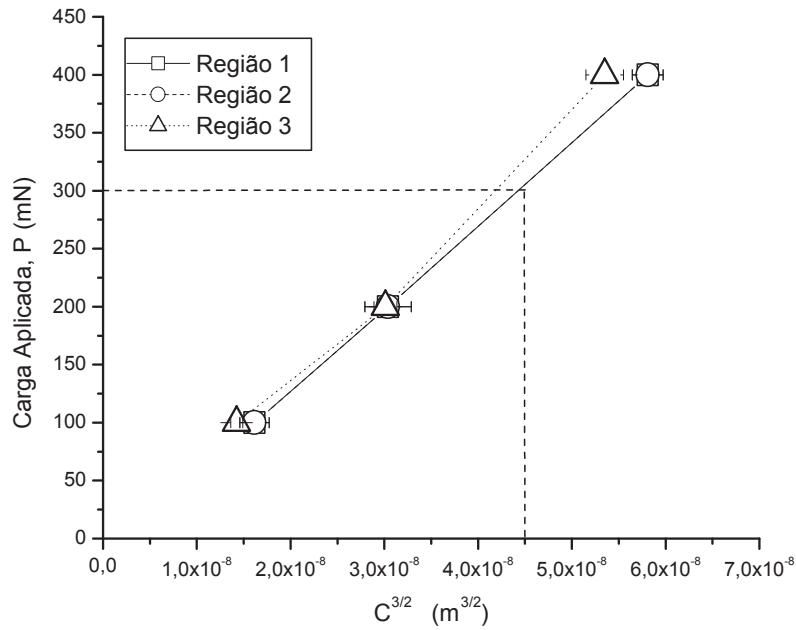


Figura 4.27: Gráfico da carga aplicada em função da raiz cúbica do comprimento da trinca radial, $c^{3/2}$, nas três regiões da amostra soldada.

grãos de Ag na matriz) verificamos que o comprimento da trinca para a carga aplicada de 300 mN ocorreria em aproximadamente $4,5 \times 10^{-8} \text{ m}^{3/2}$. Comparando estes dois valores, podemos inferir que o gráfico do YBCO na figura 4.26 apresenta um valor do comprimento da trinca menor em relação aos obtidos para as três regiões da junção. Foi verificada a presença de uma grande quantidade de trincas laterais que ocorreram nas penetrações no YBCO para a carga aplicada de 300 mN o que dificultou a medição do comprimento das trincas radiais. Esse é o principal efeito que contribuiu para que os comprimentos das trincas tenham sido menores que os esperados.

Material	K_{IC} (MPam ^{1/2})	E (GPa)	H (GPa)
YBCO	1,1±0,2	185±10	8,5±1
YBCO/Ag	1,1±0,3	185±10	9,5±1
Junção Região 1	1,2±0,2	203±15	11,0±2
Junção Região 2	1,2±0,2	210±9	10,7±1
Junção Região 3	1,3±0,2	211±10	10,0±1

Tabela 4.2: Tenacidade à Fratura, K_{IC} , obtido por nanoindentação utilizando o penetrador canto de cubo. E é o módulo de elasticidade e H a dureza, obtidos utilizando penetrador Berkovich.

O valor da tenacidade à fratura das amostras estudadas encontram-se na tabela 4.2. Os valores da dureza e do módulo de elasticidade utilizados para o cálculo da tenacidade de cada amostra também é apresentado na tabela 4.2. Comparando os valores da tenacidade à fratura encontrados nas amostras utilizadas no processamento da junção, observa-se que tanto o YBCO puro como o YBCO contendo 15% de Ag na sua matriz possuem os mesmos valores para a tenacidade à fratura, sendo da ordem de 1,1±0,3 MPam^{1/2}. Os valores das três regiões da amostra, praticamente são idênticos, tendo um aumento na ordem de 0,1 MPam^{1/2}, se comparadas com as obtidas nas amostras antes da soldagem.

Comparando a média dos valores da tenacidade à fratura encontrada para as amostras estudadas neste trabalho, verificou-se que não há variação significativa entre as amostras de YBCO, YBCO/Ag e as da junção de YBCO. Os valores medidos são similares aos da literatura[7, 39, 50].

Segundo Sheahen[7], a adição de prata em amostras sinterizadas de YBCO melhora significativamente a tenacidade à fratura, porém essa melhora não ocorreu no nosso caso quando a prata foi adicionada no YBCO texturizado. As amostras de YBCO/Ag texturizado apresentaram valores da tenacidade à fratura idênticos aos que foram obtidos para o YBCO texturizado que não continha prata na sua matriz[7]. Os valores da tenacidade à fratura encontrados por Sheahen et al.[7] e também por Yeh et al.[50] foram obtidos através de ensaios de flexão[21]. Nos ensaios de flexão, as etapas essenciais constituem na medição da extensão da trinca e da carga na ruptura do corpo de prova. O corpo de prova é geralmente uma barra, onde se faz um entalhe que atuará como um centro de nucleação da trinca quando uma carga P é aplicada. Como é difícil de medir diretamente a extensão da trinca, mede-se o deslocamento relativo de

dois pontos nos lados opostos ao plano da trinca. Esse deslocamento pode ser calibrado e relacionado à extensão real de frente da trinca. Portanto, ao ser realizado o entalhe, que dará início a trinca, deve-se tomar o cuidado para que não se inicie uma propagação imediata da trinca. O teste de flexão é destrutivo, pois ocorrerá a ruptura do corpo de prova. A vantagem dos ensaios de penetração, é que eles não são destrutivos e não dependem da espessura do corpo de prova utilizado nos testes de flexão.

No caso das amostras sinterizadas de YBCO, Sheahen et. al.[7], observaram que ao adicionar 20% de Ag na estrutura o valor da tenacidade à fratura teve um aumento de aproximadamente 200% se comparado com o YBCO sinterizado que não continha grãos de Ag, saltando de $1,3 \text{ MPam}^{1/2}$ para $3,8 \text{ MPam}^{1/2}$. Geralmente, para o caso de materiais policristalinos, a propagação da trinca ocorre ao longo das ligações de grãos. Uma certa quantidade de prata adicionada ao YBCO sinterizado tende a se acumular nas ligações entre os grãos de YBCO[7]. Como a prata pura é mais dúctil que o YBCO, ela tende a sofrer uma deformação inelástica na ponta da trinca, com isso dois efeitos podem ser verificados:

- 1° - a deformação inelástica na ponta da trinca tende a aumentar a dimensão característica ao redor da ponta da trinca, reduzindo o fator concentrador de tensão e conseqüentemente aumentando o valor da tenacidade à fratura;
- 2° - a deformação inelástica absorve a energia de deformação inicial para a propagação da trinca fazendo com que esta perca a energia e promova o seu crescimento.

Estes dois efeitos podem reduzir a propensão à propagação da trinca. Em resumo, a prata adicionada ao YBCO sinterizado atua como um redutor à propagação da trinca, melhorando significativamente a tenacidade à fratura deste material. Estes efeitos não acontecem para o caso da prata adicionada ao YBCO texturizado. Neste caso, os grãos de prata ficam retidos na matriz e não nos contornos de grão. Isto anula o efeito de aumentar o valor da tenacidade à fratura pois o crescimento da trinca ocorrerá preferencialmente em uma certa direção específica.

Entretanto, segundo Tancret et al.[43] e Murakami et al.[35] os valores da tenacidade à fratura do YBCO texturizado aumentam com a quantidade de prata inserida em sua matriz. Segundo os autores, a quantidade da fase verde também influencia na tenacidade à fratura do YBCO texturizado[36, 43]. No entanto, os resultados de nosso trabalho, mostram que não ocorreu aumento no valor da tenacidade à fratura do YBCO quando foi adicionado 15% de Ag na sua matriz. Nosso resultado concorda com o do trabalho de Sheahen et. al.[7].

Cook et al. [39] estudaram a tenacidade à fratura do monocristal de YBCO usando a técnica de penetração Vickers, aplicando cargas mais elevadas que as utilizadas nos ensaios de

nanoindentação. O valor da tenacidade à fratura encontrada pelos autores para o plano ab do monocristal de YBCO foi de $1,1 \pm 0,3 MPam^{1/2}$. Os autores também verificaram a presença de trincas laterais ao redor da impressão plástica deixada pelo penetrador, as quais, segundo eles, ocorreu devido ao efeito quimio-mecânico causado pelo ambiente. Em nosso trabalho foi verificado o surgimento de trincas laterais durante o ciclo de carregamento indicando que as trincas laterais não surgiram somente devido a um efeito quimio-mecânico posterior.

A tenacidade à fratura da amostra soldada não apresentou variação expressiva para as três regiões estudadas, que são similares aos valores de tenacidade do YBCO e YBCO/Ag medidos antes do processamento da junção. Porém, foi verificado nessa amostra uma grande ocorrência de trincas laterais com remoção de material nas regiões onde havia uma excessiva aglomeração da fase 211 do YBCO (principalmente na borda da amostra). A ocorrência de trincas laterais é devido a presença de um campo de tensões ao redor das partículas da fase 211. Esse campo de tensões surgiu durante o resfriamento da amostra devido aos diferentes valores dos coeficientes de expansão térmica das partículas do Y211 e da matriz do Y123[27]. A aglomeração da fase 211 não é específica do processo de soldagem, sendo que a expulsão para as bordas é quase sempre observado na produção do YBCO texturizado.

Conclusões

O estudo do processamento e das propriedades mecânicas de junções supercondutoras de YCBO, que foram produzidas utilizando como agente soldante o composto YBCO/Ag levou as seguintes conclusões:

- A prata presente no agente soldante, não permaneceu em forma de aglomerados metálicos na região após o ciclo térmico do processo de soldagem, resultando numa amostra sem a presença de grãos de prata de tamanho visível na estrutura. A causa da saída da prata, da região do YBCO/Ag na junção, ocorreu devido à dificuldade de controlar com exatidão a temperatura máxima do ciclo térmico;
- O módulo de elasticidade, obtido por nanoindentação, possui o mesmo valor para as amostras de YBCO e YBCO/Ag utilizadas no processamento da junção. O valor médio do módulo de elasticidade do YBCO e YBCO/Ag é 185 ± 10 GPa. Para as partículas do Y211 presentes na matriz o módulo de elasticidade medido foi de 150 ± 10 ;
- O valor médio da dureza do YBCO e YBCO/Ag são de $8,5 \pm 1$ GPa e $9,5 \pm 1$ GPa. Para as partículas de Y211, o valor médio da dureza é $5,5 \pm 1$ GPa;
- Os valores médios do módulo de elasticidade amostra soldada são: 212 ± 10 GPa para a região do agente soldante, 210 ± 10 GPa na região próxima a interface entre o agente soldante e a peça soldada e 211 ± 10 GPa para a região mais afastada do agente soldante. Na região da borda, onde ocorreu grande concentração da fase 211, o valor do módulo de elasticidade obtido foi de 162 ± 10 GPa;

-
- Os valores médios obtidos para a dureza amostra soldada são: 11 ± 1 GPa para a região do agente soldante, 10 ± 1 GPa na região próxima a interface entre o agente soldante e a peça soldada e 10 ± 1 GPa para a região mais afastada do agente soldante. Na região da borda, onde ocorreu grande concentração da fase 211 o valor de dureza obtido foi de 6 ± 1 GPa;
 - Os valores do módulo de elasticidade e da dureza da junção possuem menor valor na borda da amostra comparando com as outras regiões da amostra. Isto ocorreu devido a grande concentração de Y211 na borda;
 - Pela análise fractográfica das trincas geradas por nanoindentação com penetrador canto de cubo foi observada a presença de trincas radiais e laterais ao redor da impressão deixada pelo penetrador. Nas regiões próximas as bordas das amostras, o número de trincas laterais foi maior. A presença das trincas laterais em grande quantidade torna difícil a determinação dos comprimentos das trincas radiais;
 - O valor da tenacidade à fratura do YBCO e YBCO/Ag antes do processamento da junção é de $1,1 \pm 0,2$ MPam^{1/2};
 - Os valores da tenacidade à fratura obtidos nas regiões da amostra soldada são muito próximos para as três regiões, sendo de $1,2 \pm 0,2$ MPam^{1/2} para a região 1 e região 2. Para a região 3 o valor obtido foi de $1,3 \pm 0,2$ MPam^{1/2};
 - A junção de YBCO, produzida utilizando YBCO/Ag como agente soldante, possui propriedades mecânicas semelhantes às amostras antes de serem submetidas ao processamento de soldagem. Portanto, o processamento de junções de YBCO utilizando YBCO/Ag como agente soldante leva a amostras que mantêm as propriedades mecânicas dos materiais que foram usados na solda. Isto indica que o processo de soldagem pode ser usado sem que as propriedades mecânicas sejam alteradas significativamente. Porém, as regiões próximas da borda apresentam uma alta concentração de partículas da fase 211 do YBCO, que tem menor dureza e maior propensão à ocorrência de trincas.

SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Estudar a dependência das propriedades mecânicas com o tempo de oxigenação da junção de YBCO, verificando a relação da quantidade de oxigênio com as propriedades mecânicas.

Processamento da junção de YBCO utilizando uma placa de prata como agente soldante, e estudar as propriedades suas mecânicas dessa amostra e verificar a existência de alguma variação comparadas com a junção na qual foi usado como agente soldante o YBCO contendo 15% de Ag.

Verificar se existe correlação entre as propriedades supercondutoras com as propriedades mecânicas.

Referências Bibliográficas

- [1] Puig, T.; Rodriguez Jr., P.; Carrillo, A.E.; Obradors, C.; Zheng, H.; Welp, U.; Chen, L.; Claus, H.; Veal, B. W. and Grabtree, G.W. *Self-seeded YBCO welding induced by Ag additives*. Physica C, v. 363, p. 75-79, 2001.
- [2] Reitz, John. *Fundamentos da Teoria Eletromagnética*, 3 ed. Rio de Janeiro: Campus, 1982. p. 309.
- [3] Georgia State University; <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/solids/scond.html> acessado em janeiro de 2004.
- [4] Wu, M. K.; Ashburn J. R. and Torg, C. J. *Superconductivity at 93 K in a New Mixed-Phase Y-B-Cu-O Compound System at Ambient Pressure*. Physical Review Letters, v. 58, p. 908-910, 1987.
- [5] Dai, P.; Charoumakos, B. C.; Sun, G. F.; Wong, K.W., Xin, Y and Flu, D. *Synthesis and Neutron Powder Diffraction Study of the Superconductor $Hg_{0.8}Tl_{0.2}Ba_2Ca_2Cu_3O_{8.33}$ by Te substitution*. Physica C, v. 243, p. 201-206, 1995.
- [6] Eck, J. *Superconducting.org* Disponível em: <http://superconductors.org>. Acesso em 19 de abril de 2003.
- [7] Sheahen, T. P. *Introduction to high temperature superconductivity*. Plenum Press: New York, p. 203-222, 1994.
- [8] Murakami M.; Sakai, N; Higuchi, T and Yoo, S I. *Melt-processed light rare earth element-Ba-Cu-O Supercond*. Sci. Technol., v. 9, p. 1015-1032, 1996.
- [9] Cardewell, D. A. *Processing and properties of large grain (RE)BCO*. Mater. Sci. Eng. B, v. 53, p. 1-10 , 1998.

- [10] Desgardin, G.; Monot, I. and Raveau, B. *Texturing of high- T_c superconductors*. Supercond. Sci. Technol., v.12, p. R115-R133, 1999.
- [11] Jin, S.; Tiefel, T. H.; Sherwood, R. C.; Davis, M. E.; VonDover, R. B.; Kannlot, G. W., Fastnacht, R. A. and Keith, H. D. *High Critical Currents in Y-Ba-Cu-O Superconductors*. Appl. Phys. Letters, v. 52, p. 2074-2076, 1988.
- [12] Wang, J; Monot, I and Desgardin, G. *Growth mechanism and morphology of melt-texture-growth-processed $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ with different presintered*. J. Mater. Res. 11, v. 11, p. 2703-2710, 1996.
- [13] Meng, R. L.; Gao, L.; Gautier-Picard, P.; Ramirez, D.; Sun, Y. Y.; and Chu, C. W. *Growth and Possible Size Limitation of Quality Single-Grain $YBa_2Cu_3O_7$* . Physica C, v. 232, p. 337-346, 1994.
- [14] Shi, D.; Lahiri, K.; Hull, J. R.; Leblanc, M. A. R.; Dabrowski, A.; Chang, Y.; Jiang, Y.; Zhang, Z. and Fan, H. *Growth of Large-Domain $YBa_2Cu_3O_x$ with New Seeding Crystals of $CaNdAlO_4$ and $SrLaGaO_4$* . Physica C, v. 246, p. 253-261, 1995.
- [15] Sengupta, S.; Corpus, J.; Agarwal, M. and Gorines, J. R. *Feasibility of manufacturing large domain YBCO Levitators (TM) by using melt processing techniques*. Mater. Sci. Eng. B, v. 53, p. 62-65, 1998.
- [16] Zheng, H; Jiang, M.; Nikolova, R; Welp, U.; Paulikas, A.P.; Huang, Y.; Grabtree, G.W.; Veal, B. W. and CLAUS, H. *High critical current "weld" joints in textured YBa_2Cu_3O-x* . Physica C, v. 322 p. 1-8, 1999.
- [17] Mukhopadhyay, S. M.; Mahadev, N.; Sengupta, S. *Microstructural and spectroscopic analyses of a strongly-linked joint formed in a superconductor*. Physica C, v. 329, p. 95, 2000.
- [18] Iida, K.; Yshioka, J.; Murakami, M. *Superconducting joint of Y-Ba-Cu-O superconductors using Er-Ba-Cu-O solder*. Physica C, v. 370, p. 53, 2002.
- [19] Prikhna, T. A.; Gawalek, W.; Surzhenko, A. B.; Moshchil, V. E.; Sergienko, N. V.; Sverdun, V. B.; Litzkendorf, D.; Müller, R.; Dub, S. N.; Koval, A. Yu.; Alexandrova, L. I.; Kordyuk, A. A.; Melnikov, V. S. *Superconducting joining of melt-textured YBCO*. Physica C, v. 372-376, p. 1528, 2002.

-
- [20] Callister Jr., W. D. *Materials Science and Engineering: an introduction*. New York: Jhon Wiley and Sons, 2000.
- [21] Meyers, M. A., Chawla, K. K. *Mechanical Behavior of Materials*. New Jersey: Prentice Hall, 1999.
- [22] Shaw, M. C. *The fundamental basis of the hardness test*. USA: ASM, p. 1-15, 1973.
- [23] Lepienski C. M.; Foerster, C. E. *Nanomechanical Properties by Nanoindentation*. In: *Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology*. American Scientific Publishers, USA, 2003. In Press.
- [24] Pethica, J. B.; Hutchings, R. and Oliver, W. C. *Hardness measurement at penetration depths as small as 20-nm*. Phil. Mag. A, v. 48 p. 593 - , 1983.
- [25] Doener, M. F. and Nix, W. D. J. Mater. Res., v. 1, p. 601, 1986.
- [26] Oliver, W. C, and Pharr, G. M. *An Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*. J. Mater. Res., v. 7, p. 1564-1583, 1992.
- [27] Lawn, B. *Fracture of Brittle Solids*. Cambridge University Press, Cambridge: Second edition, 1995.
- [28] Anderson, T. L. *Fracture Mechanics: fundamentals and applications*. CRC Press, USA: Second Ed., 1995.
- [29] Brotzen, F. R.: J. of Materials Science, 22 (1987) 1501-1501.
- [30] Garcia, Amauri; Spim, Jaime A.; Santos, Carlos A. dos. *Ensaaios dos Materiais*. Livros Técnicos e Científicos - LTC, Rio de Janeiro, 2000.
- [31] Cook, Robert F., Pharr, George M. *Direct Observetion and Analysis of Indentation Cracking in Glasses and Ceramics*. J. Am. Ceram. Soc., v. 73, p.787, 1990.
- [32] Lawn, B. E. and Evans, A. G. *A Model of crack indentation in elastic/plastic indentation fields*. J. Mater. Sci., v. 12 p. 2195, 1977.

- [33] Harding, D. S.; Oliver, W. C. and Pharr, G. M. *Cracking During Nanoindentation and its Use in The Measurement of Fracture Toughness*. Mat. Res. Soc. Symp. Proc., v. 356, p. 663, 1995.
- [34] Myamoto, T.; Nagashima, K. and Murakami, M. *Direct measurements of mechanical properties for large-grain bulk superconductors*. Physica C, v. 340, p. 41-50, 2000.
- [35] Fujimoto, H; Murakami, M and Koshizuka, N. *Effect of Y_2BaCuO_3 on Fracture Toughness of YBCO prepared by a MPMG Process*. Physica C, v. 203, p.103-110, 1992.
- [36] Tancret, F.; Desgardin, G. and Osterstock, F. *Influence of porosity on the mechanical properties of cold isostatically pressed and sintered $YBa_2Cu_3O_{3-x}$* . Phil. Mag. A, v. 75, p. 502-523, 1997.
- [37] Goyal, A., Oliver, W.C., Funkenbusch P.D., Koeger, D.M. and Burns, S.J. *Mechanical properties of highly aligned $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ Effect of Y_2BaCuO_x particles*. Physica C, v. 183, p. 221, 1991.
- [38] Goyal, A., Funkenbusch P.D., Koeger, D.M. and Burns, S.J. *Anisotropic hardness and fracture toughness of highly aligned $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$* J. Appl. Phys. , v. 71, p. 2363, 1992.
- [39] Cook, R. F., Dinger, T. R. and Clarke, D. R. *Fracture Toughness Measurements of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Single Crystals*. Appl. Phys. Lett., v. 51, p. 454, 1987.
- [40] Reddy, R. R.; M. Murakami; Tanaka, S. and P. V. Reddy *Elastic behavior of a Y-Ba-Cu-O sample prepared by the MPMG method*. Physica C, v. 257, p.137-142, 1992.
- [41] Foerster, C. E.; Lima, E.; Rodrigues Jr, P.; Serbena, F.; Lepienski, C. M. and Cantão, M. P. *Mechanical Properties of Top-Seed-Melt-Process Ag Doped YBaCuO obtained by using Depth Sensing Method*. Comunicação interna.
- [42] Soifer, Ya. M.; Verdyan, A.; Azoulay, J.; Kazakevich, M. and Rabkin, E. *An AFM study of the morphology and local mechanical properties of superconducting YBCO thin films*. Physica C, In press, 2003.
- [43] Tancret, F.; Haussonne, J. M.; Monot, I.; Vansse, O. and Ostertock, F. *Study and Modelling of the Thermo-mechanical Behavior of Melt-textured YBaCuO-composites Containing Ag and/or 211 Particles*. J. Europ. Cer. Soc., v. 19, p. 1519-1523, 1999.

- [44] Spiegel, Murray. *Estatística*. 3 edição, McGraw-Hill do Brasil: São Paulo, p.283-301, 1993.
- [45] UTHSCSA ImageTool.<http://ddsdx.uthscsa.edu/dig/itdesc.html> último acesso em maio de 2004.
- [46] Dayse, I dos Santos; Zanata, Luiz Angelo G.; Nunes, Claudia C. *Bi:2223/Ag superconducting composite: differential and thermogravimetric analysis of BSCCO powder with several granulations and contents of silver*. XXVII ENFMC - Resumos: Poços de Caldas, 2004.
- [47] Nguyen-van-Houng,C., Crampin E., Laval, J. Y. and Dubon, A. *Incorporation of silver in $DyBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ ceramics. Correlation between superconducting properties and microstructure*. Supercond. Sci. Technol, v. 10 , p. 85, 1997.
- [48] Lemmenes, P.; Honnekes, C.; Brakmann, M.; Ewert, S.; Comberg, A. and Passing, H. *Anomalous Poisson Ratio and Bulk Modulus in High- T_c Superconductors*. Physica C, v. 162-164, p. 452, 1989.
- [49] Vilalta, N., Sandimenge, F., Piñol S. and Obradors, X. *Precipitate size refinement by CeO_2 and Y_2BaCuO_7 in directly solidified $YBa_2Cu_3O_7 - x$* . J. Mater. Res., v. 12, p.38, 1997.
- [50] Yeh, F. and White, K. W. *Fracture toughness behavior of the $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ superconducting ceramic with silver oxide additions*. J. Appl. Phys., v. 10 (9), p. 489, 1991.

Este trabalho foi redigido em LaTeX versão 3.14 .